

KOSHA CODE

A - 1 - 2006

작업환경측정 · 분석방법 지침

2006. 12.

한국산업안전공단

## 코드개요

- 작성자 : 김 현 영
  
- 제 · 개정 경과
  - 1999년 7월 산업위생분야 기준제정위원회 심의
  - 1999년 12월 총괄기준제정위원회 심의
  - 2001년 10월 산업위생분야 기준제정위원회 심의
  - 2001년 11월 총괄기준제정위원회 심의
  - 2004년 8월 KOSHA Code 산업보건위생분야 제정위원회 심의
  - 2004년 9월 KOSHA Code 총괄제정위원회 심의
  - 2006년 7월 산업위생분야 기준제정위원회 심의
  - 2006년 9월 KOSHA Code 총괄제정위원회 심의
  - 2006년 11월 산업위생분야 기준제정위원회 심의
  - 2006년 12월 KOSHA Code 총괄제정위원회 심의
  
- 관련규격
  - NIOSH Manual of Analytical Methods(NMAM). Fourth Edition 9002, Asbestos by PLM (1994)
  - NIOSH Manual of Analytic Method 7402
  - NSC, Fundamentals of industrial hygiene, 4th ed., 1996
  - Perkins RL, Harvey BW, U.S. Enviromental Protection Agency. Test Method for the Determination of Asbestos in Bulk Building Materials. EPA/6100/R-93/116 (1993).
  
- 관련 법규 · 규칙 · 고시 등
  - 산업안전보건법 제24조(보건상의 조치), 제31조(안전 · 보건 교육), 제38조(제조 등의 허가), 제42조(작업환경측정), 제43조(건강진단)
  - 산업안전보건법 동법 시행규칙 제11장(관리대상유해물질에 의한 건강장해 예방)
  - 노동부 고시 제 2001-45호(근로자건강진단 실시기준)
  - 노동부 고시 제 2002-8호(화학물질 및 물리적 인자의 노출기준)
  
- 코드적용 및 문의

이 코드에 대한 문의는 한국산업안전공단 전문기술실 (TEL 032-5100-500, FAX 032-512-8315)로 연락하여 주십시오.
  
- 공표일자 : 2006년 12 월 31 일
  
- 제 정 자 : 한국산업안전공단 이사장

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

## 작업환경측정 · 분석방법 지침

### 1. 목적

이 지침은 산업안전보건법(이하 “법”이라한다) 시행규칙 제93조(작업환경측정 대상사업장등)의 규정에 의거 작업환경측정을 하여야 할 유해인자에 대한 시료채취 및 분석방법을 제시함을 목적으로 한다.

### 2. 적용범위

이 지침은 법에서 정한 작업환경측정대상 유해인자(이하 “유해인자”라 한다) 207종의 시료채취 및 분석에 적용한다.

### 3. 용어의 정의

(1) 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 다음과 같다

(가) “밀폐”라 함은 취급 또는 보관상태에서 고형(固形)의 이물(異物)이 들어가지 않도록 한 상태를 말한다.

(나) “밀봉”이라 함은 취급 또는 보관상태에서 기체 또는 미생물이 침입할 염려가 없는 상태를 말한다.

(다) 중량을 “정확하게 단다”라 함은 지시된 수치의 중량을 그 자릿수까지 측정한다는 것을 의미한다.

(라) “약”이란 그 무게 또는 부피에 대하여  $\pm 10\%$  이상의 오차가 있어서는 안 된다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

- (마) 시험조작 중 “즉시”라는 용어는 30초 이내에 표시된 조작을 하는 것을 말한다.
  - (바) 시료의 시험, 바탕시험 및 표준액에 대한 일련의 동일시험을 행할 때 사용하는 시약 또는 시액은 동일 롯트(Lot)로 조제된 것을 사용한다.
  - (사) “검출한계”라 함은 분석기기가 검출할 수 있는 가장 작은 양을 말한다.
  - (아) “회수율”이라 함은 여과지를 이용하여 채취한 금속 등의 분석 값을 보정하는데 필요한 것으로 채취에 사용하지 않은 동일한 여과지에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 것을 말한다.
  - (자) “탈착효율”이라 함은 고체흡착관을 이용하여 채취한 유기용제 등의 분석 값을 보정하는데 필요한 것으로 채취에 사용하지 않은 동일한 흡착관에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 것을 말한다.
- (2) 기타 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 이 지침에 특별한 규정이 있는 경우를 제외하고는 법, 동법 시행령, 동법 시행규칙, 보건규칙 및 노동부 고시에서 정하는 바에 의한다.

#### 4. 일반사항

이 지침의 원칙을 규정하는데 있어서 일반적인 사항은 다음과 같다.

- (1) 이 시험법에 필요한 어원, 분자식 및 화학명 등은 특별한 언급이 없는 한 괄호( )안에 기재한다.
- (2) 원자량은 국제순수 및 응용화학협회(IUPAC)에서 제정한 원자량 표에 따른다. 분자량은 소수점 이하 제 2단위까지 하고 제 3단위에서 반올림한다.
- (3) 이 시험법에 규정한 방법이 분석 화학적으로 반드시 최고의 정밀도와 정확도를 갖는다고는 할 수 없으며 이 시험방법 이외의 방법이라도 동등 이상의 정확도와 정밀도가 있다고 인정될 때에는 그 방법을 사용할 수 있다.

- (4) 이 시험방법에 표시한 사항 중 탈착효율, 검출한계 등은 각조의 조건으로 시험하였을 때 얻을 수 있는 값을 참고하도록 표시한 것이므로 실제로는 그 값이 분석조건에 따라 달라질 수 있다.
- (5) 이 시험법에 사용하는 수치의 맺음법은 따로 규정이 없는 한 한국산업규격 KSA 3251-1(데이터의 통계적 해석방법)에 따른다.
- (6) 이 시험법에 규정하지 않는 사항에 대해서는 일반적인 화학적 상식에 따르되 이 시험법에 기재한 방법 중 세부조작은 시험의 본질에 영향을 미치지 않는 범위 내에서 시험자가 적당히 변경 조절할 수 있다.
- (7) 단위 및 기호 : 길이, 넓이, 부피, 농도, 압력 또는 무게를 나타내는 단위 및 기호는 아래 <표 1>에 따른다. 여기에 표시되어 있지 않은 단위는 KSA 0105(계량 및 측정 단위와 그 사용법) 또는 국제표준단위계(SI)에 따른다.
- (8) 온도
- (가) 온도의 표시는 켈시우스(Celcius) 법에 따라 아라비아숫자 오른쪽에 °C를 붙인다. 절대온도는 °K로 표시하고 절대온도 0 °K는 -273 °C로 한다.
- (나) 상온은 15~25 °C, 실온은 1~35 °C로 한다. 찬곳은 따로 규정이 없는 한 15 °C이하의 곳을 뜻한다.
- (9) 농도
- (가) 액체 단위부피중의 성분질량 또는 기체 단위부피중의 성분질량을 표시할 때에는 W/V %의 기호를 사용한다. 액체 단위부피중의 성분용량, 기체 단위 부피중의 성분용량을 표시할 때에는 V/V %의 기호를 사용한다. 백만분의 용량비를 표시할 때는 ppm(part per million)의 기호를 사용한다.
- (나) 공기 중의 농도를 mg/m<sup>3</sup>으로 표시했을 때의 m<sup>3</sup>은 정상상태(NTP, Normal Temperature and Pressure : 25 °C, 1기압)의 기체용적을 뜻한다. 따라서 작업환경 측정시의 온도와 압력을 실측하여 노출기준과 비교시는 정상상태의 농도로 환산하여야 한다.

〈표 1〉 단위 및 기호

종 류	단 위	기 호
길이	미터	m
	센티미터	cm
	밀리미터	mm
	마이크로미터	$\mu\text{m}$
	나노미터	nm
무게	그램	g
	밀리그램	mg
	마이크로그램	$\mu\text{g}$
압력	기압	atm
	수은주 밀리미터	mmHg
부피	입방미터	$\text{m}^3$
	리터	$\ell$
	밀리리터	ml
	마이크로리터	$\mu\ell$
농도	몰농도	M
	몰랄농도	m
	노르말농도	N
	그램/리터	$\text{g}/\ell$
	밀리그램/리터	$\text{mg}/\ell$
	퍼센트	%

(10) 시약, 표준물질

(가) 분석에 사용되는 시약은 따로 규정이 없는 한 화학용 시약에 규정된 일급이상의 것을 사용하여야 한다. 분석에 사용하는 일반적인 시약의 보기로 염산, 질산, 암모니아수 등은 아래 〈표 2〉에서 규정한 농도의 것을 말한다.

(나) 광도법, 전기화학적분석법, 크로마토그래피법, 고성능액체크로마토그래피법에 쓰이는 시약은 특히 순도에 주의해야 하고, 분석에 영향을 미치는 불순물을 함유할 염려가 있을 때는 미리 검정하여야 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

(다) 분석에 사용하는 지시약은 특이한 것을 제외하고는 KSM 0015(화학분석용 지시약의 조제방법)에 규정된 지시약을 사용한다.

<표 2> 일반적인 시약의 보기

물질명	화학식	농도(%)	비중(약)
염산	HCl	35	1.18
질산	HNO <sub>3</sub>	60	1.38
황산	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	95	1.84
인산	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	85	1.70
과염소산	HClO <sub>4</sub>	68	1.67
초산	CH <sub>3</sub> COOH	99	1.06
암모니아수	NH <sub>4</sub> OH	NH <sub>3</sub> 로서 28	0.90
과산화수소수	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	30	1.10
불화수소산	HF	48	1.15

(라) 시험에 사용하는 표준품은 원칙적으로 특급시약을 사용하며, 표준용액을 조제하기 위한 표준용 시약은 따로 규정이 없는 한 데시케이터에 보존된 것을 사용한다.

(11) 분석에 사용하는 물은 따로 규정이 없는 한 증류수 또는 탈이온수(Deionized water, 이온교환수지를 이용하여 정제한 물)를 말한다.

(12) 기구

(가) 계량기구중 측정값을 분석결과의 계산에 사용할 목적으로 사용되는 것은 모두 보정하는 것을 원칙으로 한다.

(나) 분석용 화학저울은 적어도 0.01mg까지 달수 있어야 하며, 국가검정을 필한 제품이어야 한다.

(다) 이 시험법에서 사용하는 모든 유리기구는 KSL 2302(이화학용 유리기구의 형상 및 치수)에 적합한 것 또는 이와 동등이상의 규격에 적합한 것으로 국가에서 지정한 기관에서 검정을 필한 것을 사용하여야 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

(라) 여과용 기구 및 기기는 특별한 언급이 없이 “여과한다”라고 하는 것은 KSM7602 거름종이 5종 또는 이와 동등한 여과지를 사용하여 여과한 것을 말한다.

## 5. 시료채취 및 분석시 고려사항

### 5.1 시료채취 기구 및 측정방법의 선택

시료채취의 목적과 시료채취시간, 방해인자, 예상되는 오염농도 및 실험실에서 보유 하고있는 분석장비의 능력 등을 종합적으로 고려하여 최적의 시료채취기구 및 분석방법을 선택한다.

### 5.2 검량선 작성을 위한 표준용액제조

#### (1) 대상물질의 특성과악

분석하고자 하는 물질의 표준용액을 만들 원액(시약)의 순도와 특성(분자량, 비중, 노출 기준)을 파악한다.

#### (2) 채취시료의 예상농도의 0.1 ~ 2 배 수준에서 각 분석대상물질의 양을 결정한다.

#### (3) 표준용액 제조방법의 결정

일반적으로 표준용액 제조시 표준원액(Stock solution)을 단계적으로 희석시키는 방법(희석식)과 표준원액에서 일정량씩 줄여 가면서 만드는 배취식이 있다. 희석식은 만들기가 수월한 반면 표준원액이 잘못되면 계통오차를 줄 수 있고 배취식은 여러 검량선 작성용 용액 중 몇 개가 잘못되더라도 이를 보정 할 수가 있으나 만들기가 어려운 단점이 있다.

#### (4) 표준용액의 제조

충분한 수의 표준용액을 준비한다. 일반적으로 분석하고자 하는 농도를 포함한 최소한 5개 수준의 표준용액을 제조한다.



KOSHA CODE

A - 1 - 2006

(5) 검량선의 작성시 주의점

(가) 표준원액으로 사용될 원액의 순도, 제조일자, 유효기간 등을 잘 파악해야 한다.

(나) 표준용액, 탈착시료(회수율)등에 사용되는 시약은 같은 롯트(Lot)번호를 가진 것을 사용하여야 한다.

(다) 검량선은 직선성이고 분석할 시료의 농도를 포함해야 하며 외삽법은 피한다.

(라) 가스크로마토그래피에 주입되는 양의 변동에 따른 기기의 응답변동을 보정하기 위해 내부표준물질을 사용할 수 있다.

(6) 내부표준물질의 사용방법 및 보정법

(가) 내부표준물질의 선정 : 내부표준물질로 사용되는 물질은 다음의 특성을 가지고 있어야 한다.

- ① 머무름 시간이 분석대상물질과 너무 멀리 떨어져 있지 않아야 한다.
- ② 피크가 용매나 분석대상물질의 피크와 중첩되지 않아야 한다.
- ③ 내부표준물질의 양이 분석대상 물질의 양보다 너무 많거나 적지 않아야 한다.
- ④ 사용하는 분석기기의 검출기에서 반응이 양호해야 한다.

(나) 내부표준물질 첨가방법 : 표준용액 등으로 사용하기 전에 탈착액에 일정량을 넣는다.

(다) 보정방법

- ① 검량선 작성시 각 표준용액을 분석한 크로마토그램 면적을 내부표준물질의 크로마토그램 면적으로 나누어 회귀식을 구한다.
- ② 분석시료의 크로마토그램 면적을 내부표준물질의 크로마토그램 면적으로 나눈다.
- ③ ②에서 구한 면적값을 ①에서 구한 회귀식에 대입하여 농도를 구한다.

### 5.3 탈착효율 검정을 위한 시료제조방법

탈착효율은 고체 흡착관을 이용하여 채취한 유기용제 등의 분석값을 보정하는 실험이다. 탈착효율 실험을 위한 첨가량은 작업장 예상농도 일정범위(0.5 ~ 2 배)에서 결정한다. 이러한 실험의 목적은 흡착관의 오염, 시약의 오염, 분석대상 물질이 탈착 용매에 실제로 탈착되는 양을 파악하여 보정하는데 있으며, 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행해야 하며 이때 5개 농도 수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.

- (1) 탈착효율 실험용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다. 5개의 농도수준에서 3개씩과 공시료 3개가 필요하므로 18개의 흡착튜브를 준비한다.
- (2) 분석대상물질의 원액을 마이크로실린지를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입 한다.
- (3) 흡착튜브를 마개로 즉시 막고 하루 동안 방치한다.
- (4) 탈착시켜 검량선 작성 시약과 같이 분석한다.
- (5) 분석량/첨가량의 비로 탈착효율을 구한다.

### 5.4 회수율 검정을 위한 시료제조 방법

회수율이라 함은 여과지를 이용하여 채취한 금속의 분석값을 보정하는데 필요한 것으로 채취에 사용하지 않은 동일한 여과지에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 것을 말한다. 이 실험을 통하여 여과지의 오염, 시약의 오염, 저장안정성의 여부를 알 수 있을 뿐만 아니라, 분석방법, 그리고 분석자의 능력을 종합적으로 평가 할 수 있다.

- (1) 회수율 실험을 위한 첨가량을 결정한다. 작업장의 농도를 포함하도록 예상되는 농도 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )와 공기채취량( $\ell$ )에 따라 첨가량을 계산한다. 만일 작업장의 예상 농도를 모를 경우 첨가량은 노출기준과 공기채취량 400  $\ell$  (또는 200  $\ell$ )를 기준으로 계산한다. 계산된 첨가량에 3가지 수준(0.5 - 2배)의 양을 반복적으로 3개(3수준  $\times$  3반복 = 9개)떨어 뜨린다. 물론 각 농도별로 공시료 수도 포함시켜야 하고 분석자 판단에 따라 3수준 이상의 양과 3개 이상 반복 첨가를 할 수도 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

(2) 다음 식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{회수율(\%)} = (\text{분석량/첨가량}) \times 100$$

(3) 회수율은 최소한 75% 이상이 되어야 하나 90% 이상이면 좋다. 회수율에 대한 평가는 분석자가 해야 한다. 즉 9개의 회수율 실험결과를 근거로 판단해야 할 사항은 회수율간의 일정성이다. 만일 회수율간의 차이가 크고 변이가 심하여 일정성이 없으면 정확한 보정이 될 수가 없다. 따라서 그 원인을 찾아 교정하고 다시 실험을 실시해야한다.

## 6. 유해인자별 시료채취 및 분석방법 작성체계

유해인자별 시료채취 및 분석방법 작성체계는 <별표 1> 과 같다.

## 7. 유해인자별 시료채취 및 분석방법

### 7.1 유해인자별 시료채취 및 분석방법 목록

(1) 유해인자별 시료채취 및 분석방법 목록은 <별표 2> 와 같다.

(2) 유해인자별 시료채취 및 분석방법은 <별표 3> 과 같다.

### 7.2 유해인자별 시료채취 및 분석방법 색인 참고사항

유해인자별 시료채취 및 분석방법을 쉽게 찾아볼 수 있도록 유해인자별 내림차순으로 정리한 색인표는 <별표 4> 와 같다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

<별표 1>

## 유해인자별 시료채취 및 분석방법 작성체계

### 물 질 명

1. 물질명 : 한글명(영어원명, 이명)
2. 물리·화학적 특성 : 분석대상물질에 대한 물리·화학적 특성 파악을 위해 아래와 같은 정보를 제공하였으며, CAS No.를 기재함으로써 관련물질의 데이터베이스의 검색에 도움이 되도록 하여야 한다.

구 분	물 질 명
화학식	화학식 기재
CAS No.	CAS No.기재
분자량	분자량 기재
비중(20℃)	가급적 20℃에서의 비중 기재
끓는점(℃)	끓는점 기재
증기압(mmHg)	20℃ 또는 25℃에서의 증기압기재

3. 노출기준 : 분석대상물질의 각각에 대하여 우리나라의 노동부에서 규정하고 있는 노출기준과 미국 산업안전보건청(OSHA: Occupational Safety and Health Administration)의 노출기준(PEL: Permissible Exposure Limit) 및 미국 산업위생전문가협회(ACGIH: American Conference of Governmental Industrial Hygienists)의 노출기준(TLV: Threshold Limit Value)을 기재하여 비교가 가능하도록 하여야 한다

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
디메틸아민	TWA						
	STEL/Ceiling(C)						

\* 시간가중평균 노출기준(TWA: Time Weighted Average): 1일 8시간 작업을 기준으로 하여 유해요인의 측정치에 발생시간을 곱하여 8시간으로 나눈값을 말하며 산출공식은 다음과 같다

$$TWA \text{ 환산값} = \frac{C_1 \cdot T_1 + C_2 \cdot T_2 + \dots + C_n \cdot T_n}{8}$$

여기서, - C<sub>n</sub> : 유해요인의 측정치(단위: ppm 또는 mg/m<sup>3</sup>)  
 - T<sub>n</sub> : 유해요인의 발생시간(단위: 시간)

\* 단시간 노출기준(STEL: Short Term Exposure Limit) : 근로자가 1회에 15분간 유해요인에 노출되는 경우의 기준으로 이 기준 이하에서는 1회 노출간격이 1시간 이상인 경우 1일 작업 시간동안 4회까지 노출이 허용될 수 있는 기준을 말한다.

\* 최고노출기준(C: Ceiling) 근로자가 1일 작업시간 동안 잠시라도 노출되어서는 안되는 기준을 말한다.

\* 노동부의 발암성 물질 구분

- A1: 발암성 확인물질
- A2: 발암성 추정물질

\* ACGIH의 발암성 물질 구분

- A1: 인간에게 발암성이 확인된 물질
- A2: 인간에게 발암성이 추정되는 물질
- A3: 동물에게는 발암성이 확인되었으나 인간에게는 발암성이 알려지지 않은 물질
- A4 : 인간에 대한 발암가능성이 있으나 자료가 부족한 물질
- A5 : 인간에 대한 발암 가능성이 의심되지 않는 물질

\* OSHA의 발암성 물질 구분

- Ca: 발암성 물질로 규정한 물질

4. 분석방법 : 분석기기에 대한 정보제공

- 작성일자 : 각 물질에 대한 분석방법의 작성 및 개정일자 기재
- 시료채취 및 분석개요 : 시료채취 및 분석에 대한 전반적인 정보를 제공

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취 : 시료채취 방법에 관련된 정보제공            (1) 방법 : 시료채취 방법에 대한 정보제공            (2) 기구 및 채취제 :            (3) 시료채취 유량 : 시료채취시 파과 등을 고려한 최적의 시료채취 유량정보를 제공            (4) 총량 : 시료를 채취할 수 있는 최대공기량에 대한 정보제공</p> <p>2. 운반 : 시료의 운반에 대한 정보제공</p> <p>3. 시료의 안정성 : 채취한 시료에 대한 안정성에 관한 정보 제공</p> <p>4. 공시료 : 분석시 필요한 현장 공시료의 개수등의 정보제공</p>	<p>1. 원리 및 기기 : 채취한 시료의 분석원리 및 사용 분석기기에 대한 정보제공            (1) 원리 :            (2) 기기 :</p> <p>2. 탈착 : 시료의 전처리 방법에 대한 내용 기술            (1) 방법 :            (2) 효율 : 탈착효율 또는 회수율에 대한 정보제공</p> <p>3. 검량선 : 검량선의 작성방법 대한 정보 제공</p> <p>4. 정 도 : 분석방법에 대한 분석범위 및 정밀도에 대한 정보제공            (1) 범 위 :            (2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 이 분석 방법에서의 검출한계 명시</p> <p>6. 적용 : 이 방법을 사용하여 측정할 수 있는 최적의 작업환경 측정범위에 대한 정보제공</p> <p>7. 방해작용 : 이 분석방법의 사용할 때 예상되는 방해 작용에 대한 정보제공</p>

(1) 원리

작업환경중의 측정대상물질을 채취하는 방법과 이를 전처리하여 기기분석 하는 과정의 원리를 기술 하였다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2006
--------------

## (2) 기구

시료채취 매체의 종류, 개인시료채취기의 유량정보, 전처리장비 및 관련 초자기구, 기기 분석장비의 종류에 대한 자세한 정보를 기술하였다.

## (3) 시약

분석에 필요한 시약 및 이들의 등급과 조제가 필요한 시약에 경우 조제과정에 대한 자세한 정보를 제공함으로써 시약의 구비에 어려움이 없도록 하였다.

## (4) 채취 및 처리

현장에서 시료를 채취하는 구체적인 방법과 채취한 시료를 어떤 절차에 의해 전처리를 하는지에 대해 자세한 내용을 기술하였다.

## (5) 분석과정

시료의 전처리가 끝나면 이를 가지고 기기분석과정에 들어가게 되는데 이때 필요한 정보가 분석기기의 조건, 검량선의 농도범위, 탈착효율 또는 회수율의 결정 방법을 알아야 한다. 이에 대한 자세한 정보를 제공하여 분석에 어려움이 없도록 하였다.

## (6) 농도계산

분석과정을 통해 얻어진 값을 가지고 실제 작업환경중의 농도로 환산하는 방법을 기술하였다.

## (7) 기타분석방법

타 분석방법을 제시함으로써 분석자가 이에 필요한 정보를 쉽게 접근할 수 있도록 하였다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

참고문헌

〈별표2〉 유해인자별 시료채취 및 분석방법 목록

연번	분석방법 No	분석대상물질	물질군
1	A-1-001	구리, 납, 니켈, 마그네슘, 망간, 백금, 베릴륨, 셀레늄, 아연, 알루미늄, 은, 주석, 지르코늄, 카드뮴, 코발트, 크롬, 티타늄, 철	금속류 I
2	A-1-002	미네랄스피릿, 석유납사, 석유에테르, 코올타르납사, 가솔린, 석유벤진	납사류
3	A-1-003	n-헵탄, n-옥탄, 시클로헥산, n-헥산, n-펜탄, 시클로헥센, 메틸시클로헥산	방향족 탄화수소류II, 36~126℃ BP
4	A-1-004	니켈카르보닐	니켈카르보닐
5	A-1-005	니트로글리세린, 에틸렌글리콜디니트로레이트	니트로글리세린, 에틸렌글리콜디니트로레이트
6	A-1-006	N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드	N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드
7	A-1-007	1,4-디옥산	1,4-디옥산
8	A-1-008	3,3'-디클로로-4,4'-디아미노디페닐메탄	3,3'-디클로로-4,4'-디아미노디페닐메탄
9	A-1-009	디클로로메탄,	디클로로메탄
10	A-1-010	디클로로벤지딘	디클로로벤지딘
11	A-1-011	메탄올	메탄올
12	A-1-012	메틸시클로헥사논	메틸시클로헥사논
13	A-1-013	메틸시클로헥사놀	메틸시클로헥사놀
14	A-1-014	메틸에틸케톤	메틸에틸케톤
15	A-1-015	불화수소, 브롬화수소, 염화수소, 인산, 질산, 황산	무기산류
16	A-1-016	벤젠, 스티렌, 에틸벤젠, 톨루엔, 크실렌	방향족 탄화수소류
17	A-1-017	베타프로피오락톤	베타프로피오락톤
18	A-1-018	벤조트리클로리드	벤조트리클로리드
19	A-1-019	벤지딘, 디아니시딘	벤지딘, 디아니시딘
20	A-1-020	브롬화메틸	브롬화메틸
21	A-1-021	삼산화비소	삼산화비소
22	A-1-022	석면	석면
23	A-1-023	수은	수은
24	A-1-024	시아나화수소, 시아나화나트륨, 시아나화칼륨	시아나화합물
25	A-1-025	아크릴로니트릴	아크릴로니트릴
26	A-1-026	아크릴아미드	아크릴아미드



KOSHA CODE
A - 1 - 2006

연번	분석방법 No	분석대상물질	물질군
27	A-1-027	이소프로필알콜	알콜 1
28	A-1-028	1-부탄올, 2-부탄올, 이소부틸알콜	알콜 2
29	A-1-029	시클로헥사놀, 이소아밀알콜	알콜 3
30	A-1-030	에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르	알콜 4
31	A-1-031	알파나프틸아민	알파나프틸아민
32	A-1-032	암모니아	암모니아
33	A-1-033	에틸아크릴레이트, 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 초산부틸, 초산이소부틸, 초산이소펜틸, 초산펜틸, 초산프로필	에스테르
34	A-1-034	에틸렌이민, 프로필렌이민	에틸렌이민, 프로필렌이민
35	A-1-035	에틸에테르	에틸에테르
36	A-1-036	염소	염소
37	A-1-037	염소화비페닐	염소화비페닐
38	A-1-038	염화비닐	염화비닐
39	A-1-039	오라민	오라민
40	A-1-040	오르토틸리딘	오르토틸리딘
41	A-1-041	오르토프탈로디니트릴	오르토프탈로디니트릴
42	A-1-042	오산화바나듐	오산화바나듐
43	A-1-043	요오드화메틸	요오드화메틸
44	A-1-044	이산화황	이산화황
45	A-1-045	이황화탄소	이황화탄소
46	A-1-046	일산화탄소	일산화탄소
47	A-1-047	중크롬산, 중크롬산칼륨	중크롬산과 그 화합물
48	A-1-048	초산메틸, 초산에틸	초산메틸, 초산에틸
49	A-1-049	초산이소프로필	초산이소프로필
50	A-1-050	다이소부틸케톤, 메틸부틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥사논, 아세톤	케톤
51	A-1-051	코올타르 및 COE	코올타르 및 COE
52	A-1-052	크레졸 및 페놀	크레졸 및 페놀
53	A-1-053	클로로메틸메틸에테르	클로로메틸메틸에테르
54	A-1-054	테레핀유	테레핀유

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

연번	분석방법 No	분석대상물질	물질군
55	A-1-055	1,1,2,2-테트라클로로에탄	1,1,2,2-테트라클로로에탄
56	A-1-056	테트라하이드로퓨란	테트라하이드로퓨란
57	A-1-057	톨루엔-2,4-다이소시아네이트, 톨루엔-2,6-다이소시아네이트, 1,6-헥사메틸렌다이소시아네이트	이소시아네이트
58	A-1-058	트리클로로에틸렌	트리클로로에틸렌
59	A-1-059	파라니트로클로로벤젠, 디니트로톨루엔	파라니트로클로로벤젠, 디니트로톨루엔
60	A-1-060	파라디메틸아미노아조벤젠	파라디메틸아미노아조벤젠
61	A-1-061	펜타클로로페놀	펜타클로로페놀
62	A-1-062	포름알데히드	포름알데히드
63	A-1-063	포스겐	포스겐
64	A-1-064	1,2-디클로로에탄, 1,2-디클로로에틸렌, 사염화탄소, 트리클로로메탄, 오르토-디클로로벤젠, 클로로벤젠, 테트라클로로에틸렌, 메틸클로로포름, 트리클로로메탄	할로젠탄화수소
65	A-1-065	황산디메틸	황산디메틸
66	A-1-066	황화수소	황화수소
67	A-1-067	글루타르알데히드, 포름알데히드, 아세트알데히드	알데하이드류(I)
68	A-1-068	글루타르알데히드, 포름알데히드, 아세트알데히드	알데하이드류(II)
69	A-1-069	메틸클로라이드	메틸클로라이드
70	A-1-070	에피클로로히드린	에피클로로히드린
71	A-1-071	1,3-부타디엔	1,3-부타디엔
72	A-1-072	메틸 n-아밀케톤	메틸 n-아밀케톤
73	A-1-073	비닐아세테이트	비닐아세테이트
74	A-1-074	초산	초산
75	A-1-075	아세토니트릴	아세토니트릴
76	A-1-076	2,3-에폭시-1-프로판올	2,3-에폭시-1-프로판올
77	A-1-077	1,2-에폭시프로판	1,2-에폭시프로판
78	A-1-078	피리딘	피리딘
79	A-1-079	디메틸아닐린	디메틸아닐린
80	A-1-080	에탄올아민, 2-디에틸아미노에탄올	아미노에탄올화합물
81	A-1-081	디메틸아민, 디에틸아민	지방족아민화합물
82	A-1-082	개미산	개미산

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

연번	분석방법 No	분석대상물질	물질군
83	A-1-085	석영,트리디마이트,크리스토타라이트	결정형실리카
84	A-1-086	6가크롬	6가크롬
85	A-1-087	수산화칼륨,수산화나트륨	알칼리성분진류
86	A-1-088	p-디니트로아닐린	p-디니트로아닐린
87	A-1-089	니트로메탄	니트로메탄
88	A-1-090	디에탄올아민	디에탄올아민
89	A-1-091	디에틸렌트리아민	디에틸렌트리아민
90	A-1-092	디하이드록시벤젠	디하이드록시벤젠
91	A-1-093	말레익언하이드라이드	말레익언하이드라이드
92	A-1-094	무수초산	무수초산
93	A-1-095	알릴글리시딜에테르	알릴글리시딜에테르
94	A-1-096	에틸렌글리콜	에틸렌글리콜
95	A-1-097	에틸렌글리콜모노부틸아세테이트	에틸렌글리콜모노부틸아세테이트
96	A-1-098	요오드	요오드
97	A-1-099	트리에틸아민	트리에틸아민
98	A-1-100	트리클로로아세트산	트리클로로아세트산
99	A-1-101	포스핀	포스핀
100	A-1-102	하이드라진	하이드라진
101	A-1-103	디클로로플루오르메탄	디클로로플루오르메탄
102	A-1-104	에틸렌클로로하이드린	에틸렌클로로하이드린
103	A-1-105	에틸렌디(비스)페닐이소시아네이트	에틸렌디(비스)페닐이소시아네이트
104	A-1-106	메틸아민, 에틸아민	메틸아민, 에틸아민
105	A-1-107	금속가공유	금속가공유
106	A-1-108	일산화질소, 이산화질소	질소산화물
107	A-1-109	스토다드솔벤트	스토다드솔벤트
108	A-1-110	아크릴산	아크릴산
109	A-1-111	운모, 쇼스톤, 활석, 흑연	호흡성분진
110	A-1-112	면분진	면분진

KOSHA CODE
A - 1 - 2006

연번	분석방법 No	분석대상물질	물질군
111	A-1-113	포틀랜드시멘트, 쉘스톤, 기타광물성분진, 곡물분진, 목분진, 용접흄, 유리섬유, 칼슘시안아미드	총분진
112	A-1-114	1-브로모프로판, 2-브로모프로판	1-브로모프로판, 2-브로모프로판
113	A-1-115	과산화수소	과산화수소
114	A-1-116	프탈릭언하이드라이드	프탈릭언하이드라이드
115	A-1-117	바륨 및 그 가용성화합물	바륨 및 그 가용성화합물
116	A-1-118	불소	불소
117	A-1-119	비소 및 그 무기화합물	비소 및 그 무기화합물
118	A-1-120	삼수산화비소	삼수산화비소
119	A-1-121	아닐린, o-톨리딘, 니트로벤젠	아닐린, o-톨리딘, 니트로벤젠
120	A-1-122	안티몬과 그 화합물	안티몬과 그 화합물
121	A-1-123	산화에틸렌	산화에틸렌
122	A-1-124	오존	오존
123	A-1-125	유기주석	유기주석
124	A-1-126	텅스텐	텅스텐
125	A-1-127	프레온 141b, 프레온 113	프레온 141b, 프레온 113
126	A-1-128	2-메톡시에틸아세테이트	2-메톡시에틸아세테이트
127	A-1-129	브롬, 염소	브롬, 염소
128	A-1-130	구리, 납, 니켈, 마그네슘, 망간, 아연, 주석, 지르코늄, 카드뮴, 크롬	금속류 II

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

<별표 3>

A-1-001
---------

## 금속류 I

1. 물질명 : 구리(Copper), 납(Lead), 니켈(Nickel), 마그네슘(Magnesium), 망간(Manganese), 백금(Platinum), 베릴륨(Beryllium), 셀레늄(Selenium), 아연(Zinc), 알루미늄(Aluminum), 은(Silver), 주석(Tin), 지르코늄(Zirconium), 카드뮴(Cadmium), 코발트(Cobalt), 크롬(Chromium), 티타늄(Titanium), 철(Iron)

### 2. 원소기호 및 특성

원소(기호)	CAS No.	원자량	녹는점(℃)
구리(Copper)	7440-50-8	63.54	1083
납(Lead)	7439-92-1	207.19	328
니켈(Nickel)	7440-02-0	58.71	1453
마그네슘(Magnesium)	1309-48-4	24.31	651
망간(Manganese)	7439-96-5	54.94	1244
백금(Platinum)	7440-06-4	195.09	1769
베릴륨(Beryllium)	7440-41-7	9.01	1278
셀레늄(Selenium)	7782-49-2	78.96	217
아연(Zinc)	1314-13-2	65.37	419
알루미늄(Aluminum)	7429-90-5	26.98	660
은(Silver)	7440-22-4	107.87	961
주석(Tin)	7440-31-5	118.69	2507
지르코늄(Zirconium)	7440-67-7	91.22	1852
철	1309-37-1	55.85	1535
카드뮴(Cadmium)	7440-43-9	112.40	321
코발트(Cobalt)	7440-48-4	58.93	1495
크롬 (Chromium,metal, II,III)	7440-47-3(metal) 22541-79-3(II) 16065-83-1(III)	52.00	1890
티타늄	7440-32-6	47.90	1675

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### 3. 노출기준

물질명	구분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
구리 (Copper, as Cu)	TWA	-	0.1(흡) 1(분진, 미스트)	-	0.2(흡) 1(분진, 미스트)	-	0.1(흡) 1(분진, 미스트)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
납 (Lead as Pb)	TWA	-	0.05(무기분진 및 흡)	-	0.05(A3)	-	0.05
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
니켈 (Nickel as Ni)	TWA	-	1(금속) 0.1(가용성무기화 합물)	-	1.5(원소, A5) 0.1(가용성무기화 합물, A4) 0.2(불용성무기화 합물, A1)	-	1(금속, 가용성 및 불용성 화합물)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
망간 및 무기화합물 (Manganese and inorganic compounds as Mn)	TWA	-	5(분진) 1(흡)	-	0.2(분진, 흡)	-	-
	STEL/Ceiling (C)	-	3(흡)	-	-	-	5(분진, 흡, C)
백금 (Platinum)	TWA	-	1(금속) 0.002(가용성염)	-	1(금속) 0.002(가용성염)	-	0.002(가용성염)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
베릴륨 (Beryllium)	TWA	-	0.002(A2)	-	0.002(A1)	-	0.002
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	0.01(A1)	-	0.005(C)
산화마그네슘 (Magnesium oxide)	TWA	-	10(흡)	-	10(흡입성, A4)	-	15(총분진)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
셀레늄화합물 (Selenium compounds as Se)	TWA	-	0.2(as Se)	-	0.2(as Se)	-	0.2(as Se)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
산화아연 (Zinc oxide)	TWA	-	10(분진) 5(흡)	-	2(호흡성)	-	5(흡) 15(총분진) 5(호흡성분진)
	STEL/Ceiling (C)	-	10(흡)	-	10(호흡성)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

물 질 명	구 분	노동부('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
알루미늄 및 그 화합물(Aluminum and compound as Al)	TWA	-	10(분진 as Al) 5(피로파우더 as Al) 5(용접흄 as Al) 2(가용성염 as Al) 2(알킬 as A1)	-	10(분진 as Al) 5(피로파우더 as Al) 5(용접흄 as Al) 2(가용성염 as Al) 2(알킬 as A1)	-	15(금속분진) 5(금속 호흡성분진)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
은(Silver as Ag)	TWA	-	0.1(금속) 0.01(가용성화합물 as Ag)	-	0.1(금속) 0.01(가용성화합물 as Ag)	-	0.01(금속, 가용성화합물, as Ag)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
주석(Tin, metal)	TWA	-	2	-	2	-	2
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
지르코늄과 그 화합물(Zirconium and compound as Zr)	TWA	-	5	-	5(A4)	-	5
	STEL/Ceiling (C)	-	10	-	10(A4)	-	-
카드뮴 및 그 화합물(Cadmium and compounds as Cd)	TWA	-	0.05	-	0.01(흡입성, A2) 0.002(호흡성, A2)	-	0.005
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
코발트 및 그 무기화합물(Cobalt and inorganic compounds as Co)	TWA	-	0.05(금속분진 및 흄)	-	0.02(A3)	-	0.1(금속분진 및 흄, as Co)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
크롬 및 무기화합물(Chromium and inorganic compounds as Cr)	TWA	-	0.5(금속, 2가, 3가) 0.05(크롬광, 불용성 6가, A1) 0.05(수용성 6가) 0.05(크롬산 연,A2) 0.01(크롬산 아연, A1)	-	0.5(금속, 3가, A4) 0.05(크롬광, 수용성 6가, A1) 0.01(불용성 6가, 크롬산 아연, A1)	-	1(금속) 0.5(2, 3가)
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	C0.1(6가 as CrO <sub>3</sub> )
황화니켈 (Nickel subsulfide, as Ni)	TWA	-	1(흄, 분진, as Nickel, A1)	-	0.1(흡입성, A1)	-	-
산화철 분진과 흄	TWA	-	5	-	5	-	10
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-
이산화티타늄	TWA	-	10	-	10	-	15
	STEL/Ceiling (C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 원자흡광광도계법 또는 유도결합플라즈마 분광광도계법

- 작성일자 : 1997. 7; 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 포 집	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 3단카세트, 막여과지 (0.8- $\mu\text{m}$ , cellulose ester membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 4 $\ell/\text{min}$ (4) 시료채취 총량 : 표 1  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 안정함  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 금속마다 고유한 방출스펙트럼을 측정하여 분석 (2) 기기 : AAS(또는 ICP)  2. 전처리 (1) 회화용액 : 질산원액 4 ml와 과염소산 원액 1 ml (2) 방법 : 실온에서 30분 정도 방치 한 후 150 $^{\circ}\text{C}$ 정도에서 거의 건조될 때 까지 회화시킴  3. 검량선 : 각 금속마다 최적의 분석농도 범위에서 검량선 작성  4. 회수율 : 표 1  5. 정 도(ICP의 경우) (1) 범위 : 2.5 -1000 $\mu\text{g}/\text{시료}$ (2) 정밀도 : 표 1  6. 검출한계 : 표 1

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 회화시킨 다음 시료 용액을 제조하여 AAS 또는 ICP를 이용하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu\text{m}$ , cellulose ester membrane), 직경 37 mm 3단 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) AAS 또는 ICP
- (라) 초자기구



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 125 ml 또는 50 ml 비이커
- ② 유리덮개(watch glass)
- ③ 용량플라스크 : 10, 100 ml
- ④ 피펫
- (마) 가열판 또는 초음파 회화기

### (3) 시약

- (가) 질산(특급)
- (나) 과염소산(특급)
- (다) 회화용액
  - ① 4 : 1 (v/v) HNO<sub>3</sub> : HClO<sub>4</sub>
  - ② 제조방법 : 농질산과 과염소산을 부피비로 4 : 1로 혼합
- (라) 표준용액 : 1,000 μg/ml
- (마) 희석용액
  - ① 4% HNO<sub>3</sub>, 1% HClO<sub>4</sub>
  - ② 제조방법:50 ml 회화용액을 증류수600 ml에 첨가한 후 증류수를 가해 1ℓ가 되게 한다.
- (바) 증류수

### (4) 시료의 채취

채취기를 연결하여 1 - 4 ℓ/min의 유량으로 200 - 2000 ℓ(표 1)의 시료공기를 채취한다. 시료채취시 채취량이 2 mg을 넘지 않도록 한다.

### (5) 분석과정

- (가) 시료이동
  - ① 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동 시킨다.
  - ② 공시료 : 시료를 채취하지 않은 필터를 공시료로 한다.
- (나) 시료제조
  - ① 카세트를 제거하고 시료채취 여과지와 공시료를 각각 비이커에 옮기고 유리 덮개를 덮는다.
  - ② 비이커에 회화용액 5 ml를 넣고 실온에서 30분정도 방치한 후 120 ℃의 가열판 정도에서 용량이 0.5 ml 정도 남을 때 까지 가열한다. 회화용액 2 ml를 다시 첨가하여 가열시킨다. 회화용액이 투명해질 때 까지 이 과정을 반복한다.
  - ③ 증류수로 비이커와 유리덮개를 헹군 다음, 이용액이 0.5 ml정도가 될 때까지 증발시킨다.

- ④ 희석용액 2 - 3 ml를 비이커에 가해 잔류물을 용해시킨 다음 10 ml용량 플라스크로 옮긴 후 희석용액을 가해 10 ml가 되게 한다.

(다) 검량선 작성 및 분석

- ① 표준원액에서 분석기기(AAS 또는 ICP)의 최적 범위 내에서 표준농도를 제조한다. ICP의 경우 보통 산 공시료 시료와 10 ppm의 표준용액이 사용된다.
- ② 한번 작성한 검량선에 따라 보통 10개의 시료를 분석한 다음, 다시 분석기기 반응에 대한 일정성을 확인한다. 만일 반응이 일정하지 않을 경우 검량선을 다시 작성하고 이에 따라 시료를 분석한다.
- ③ 회수율 시험
- ㉠ 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
- ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개 씩 떨어뜨린다.
- \* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
- ㉢ 하룻밤 정도 방치한 후 나.항의 시료제조과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여 다음과 같이 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 희석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 희석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

<표 3> 시료채취 및 분석관련 사항

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

원소	시료채취량 (ℓ)		파장 (nm)	회수율		정밀도 (표준편차, n=3)		검출한계 (ng/ml)
	최소	최대		2.5 μg/filter	1000 μg/filter	2.5 μg/filter	1000 μg/filter	
Ag	250	2000	328.3	1.11	0.91	0.02	0.075	26
Al	5	100	308.2	0.93	1.00	0.092	0.023	14
Be	1250	2000	313.0	1.07	0.90	0.040	0.034	1.5
Cd	13	2000	226.5	1.07	0.99	0.032	0.020	1.6
Cu	5	1000	324.8	0.98	0.99	0.036	0.022	2.1
Co	25	2000	231.2	1.01	0.95	0.040	0.005	7.4
Cr	5	1000	205.6	0.98	1.06	0.053	0.016	1.3
Mn	5	200	257.6	0.84	0.93	0.062	0.035	0.4
Mg	5	67	279.6	1.05	1.06	0.084	0.027	24
Ni	5	1000	257.6	1.05	0.97	0.027	0.020	3.4
Pb	200	1500	220.4	1.05	0.95	0.060	0.011	17
Se	13	2000	190.6	1.05	0.97	0.068	0.049	21
Sn	10	960	224.6	0.974		0.079		100
Zn	5	200	213.9	1.01	0.94	0.013	0.013	0.6
Zr	5	200	339.2	0.75	0.98	0.049	0.008	1.9

- Sn(AAS로 분석시의 값)을 제외한 나머지 금속들의 값은 ICP로 분석시의 참고 값이며 분석물질의 공기 중 농도, 분석기기 및 분석조건에 따라 달라질 수 있음.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7300. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases* (DHHS[NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7082. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases* (DHHS[NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method ID-121. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-002
---------

## 납사류

1. 물질명 : 미네랄 스피릿(Mineral spirit), 석유납사(Petroleum naphtha), 석유에테르 (Petroleum ether), 코올타르납사(Coal tar naphtha). 가솔린 (Gasoline), 석유 벤진(Petroleum benzine)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	미네랄스피릿	석유납사	석유에테르	코올타르 납 사	가솔린	석유벤진
화학식	<C <sub>9</sub> -C <sub>12</sub> aliphatic	C <sub>6</sub> -C <sub>8</sub>	<C <sub>5</sub> -C <sub>6</sub> aliphatic	<C <sub>8</sub> -C <sub>10</sub> aromatic	C <sub>4</sub> -C <sub>12</sub>	C <sub>5</sub> -C <sub>6</sub> aliphatic
CAS No.	8052-41-3	8002-05-9	8032-32-4	8030-30-6	8006-61-9	8030-30-6
분자량	-	-	-	-	-	-
비중(15 °C)	0.77-0.81	0.6-0.8	0.63-0.66	0.86-0.89	0.7-0.8	0.750
끓는점(°C)	150-200	30-238	30-60	110-190	38 - 204	-
증기압(mmHg, 20 °C)	0.2758	5	13	< 0.7	-	-

### 3. 노출기준

가 솔 린	TWA	300	900	300(A3)	890(A3)	미규정	
	STEL/Ceiling(C)	500	1500	500(A3)	1480(A3)		
미네랄스피릿 (Stoddard solvent)	TWA	100	525	100	525	500	2900
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
석유납사	TWA	미규정		미규정		500	2000
	STEL/Ceiling(C)	미규정		미규정		-	-
석유에테르	TWA	300(A3)	1370(A3)	300	1350	미규정	
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-		
코올타르납사	TWA	400	1600	400	1590	100	400
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
석유벤진 (러버솔벤트)	TWA	400	1600	400	1590	100	400
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 1.3 l (at 400 mg/m<sup>3</sup>), 0.2 l (at 2500 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 20 l (at 400 mg/m<sup>3</sup>), 3.2 l (at 2500 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 최소한 1주일 (at 25 °C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.88 - 0.96</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 l 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 10 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.01</p> <p>5. 검출한계 : 0.1 mg/시료</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 l/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 6-mm, 10% SP-2100 on Supelcoport 80/100 mesh 또는 fused silica capillary, 0.325-mm ID, 1.0- $\mu$ m DB-1 또는 이와 동등 이상의 칼럼  
 마. 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (마) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (바) 용량플라스크 : 10 ml
- (사) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 하며 적절한 내부표준 물질을 포함하고 있어야 한다.
- (나) 내부표준물질: 0.1%(v/v) octane, 0.5%(v/v) hexadecane 또는 분석하고자 하는 물질 종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 납사 벌크용액
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다.(시료채취시와 동일한 연결상태에서)
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 각 시료당 0.5 - 0.8mg 의 납사가 채취 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반하며, 벌크시료의 경우 5 - 10 ml를 취하여 시료운반 상자와 분리된 용기에 담아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액인 이황화탄소를 넣고 즉시 마개를 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다. (대략 한 시료당 0.1 - 10 mg의 납사가 포함되도록 한다)

\* 납사의 일정량을 10 ml 용량플라스크에 넣고 탈착용액으로 희석하여 시료와 함께 벌크시료도 분석한다.

② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비 한다.

㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.

㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.

㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.

㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.

㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l(packed column), 0.1 - 1  $\mu$ l(capillary column)

㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min

㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 220 - 250  $^{\circ}$ C

㉣ 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C

칼럼 (Column) : 50 - 250  $^{\circ}$ C, 8  $^{\circ}$ C /min

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1550. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases* (DHHS[NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002)



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-003

**방향족 탄화수소류 II, 36 - 126℃ BP**

1. 물질명 : n-헵탄(n-Heptane), n-옥탄(n-Octane), 시클로헥산(Cyclohexane),  
n-헥산(n-Hexane), n-펜탄(n-Pentane), 시클로헥센(cyclohexene),  
메틸시클로헥산(Methyl cyclo hexane)

2. 물리·화학적 특성

구 분	n-Heptane	-Octane	Cyclohexane	n-Hexane	n-Pentane	Cyclohexene	Methyl Cyclohexane
화학식	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub>
CAS No.	142-82-5	111-65-9	110-82-7	110-54-3	109-66-0	110-83-8	108-87-2
분자량	100.21	114.23	84.16	86.18	72.15	82.15	98.19
비중 (20 ℃)	0.684	0.703	0.779	0.659	0.626	0.811	0.769
끓는점(℃)	98.4	125.7	80.7	68.7	36.1	83.0	100.9
증기압 (mmHg, 25 ℃)	45.8	14.0	97.6	151.3	512.5	88.8	46.3

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
n-Heptane	TWA	400	1,600	400	1640	500	2000
	STEL/Ceiling(C)	500	2,000	500	2050	-	-
n-Octane	TWA	300	1,450	300	1401	500	2350
	STEL/Ceiling(C)	375	1,800	-	-	-	-
Cyclohexane	TWA	300	1,050	100	344	300	1050
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

n-Hexane	TWA	50	180	50	176	500	1800
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
n-Pentane	TWA	600	1,800	600	1770	1000	2950
	STEL/Ceiling(C)	750	2,250	-	-	-	-
Cyclohexene	TWA	300	1,015	300	1010	300	1015
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
MethylCyclohexane	TWA	400	1,600	400	1610	500	2000
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1999. 8; 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : $\leq 0.20 \text{ l/min}$ (4) 총량 : 표 1참조  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 약 2주  4. 공시료 : 시료 셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : $\text{CS}_2$ 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율 : 0.96  3. 검량선 : ca. 0.01 - 10 mg/시료  4. 정밀도 : 표 1참조  5. 검출한계 : 0.001 - 0.01 mg/시료  6. 방해작용 : 습도가 높으면 시료과과를 일으키기 쉽기 때문에 시료 채취시 시료채취총량(l)결정에 유의. 알콜류, 케톤류, 에스테르류 등은 분석시 방해작용을 하기 쉬우므로 보다 극성이 강한 칼럼을 사용하든지 칼럼온도를 조절하여 방해 작용을 피할 것.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3.0m x 2-mm, 20% SP-2100 on 80/100 mesh Supelcoport 등 실험실 조건에 맞는 Column
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10, 25, 100 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫 : 1 ml

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) 표준용액용 시약 : 시약 등급
- (다) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 물질에 따른 유량(표 1)으로 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

폼 마개는 버린다.

- ② 각 바이올에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 10 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - (1) 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - (2) 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - (3) 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - (4) 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - (5) 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 60  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

표 1. 시료채취 유량, 총량, 측정범위 및 표준편차

물 질	유량(L/min)	총 량(L)		측 정	
		최소	최대	범위(mg/m <sup>3</sup> )	정 밀 도
n-Heptane	≤ 0.20	4	4	968 - 4,060	0.059
n-Octane	≤ 0.20	4	4	1,050 - 4,403	0.060
Cyclohexane	≤ 0.20	2.5	5	510 - 2,010	0.060
n-Hexane	≤ 0.20	4	4	877 - 3,679	0.062
n-Pentane	≤ 0.05	2	2	1,476 - 6,190	0.055
Cyclohexene	≤ 0.20	5	7	510 - 2,030	0.073
MethylCyclohexane	≤ 0.20	4	4	940 - 3,941	0.052

\* 시료채취 유량 및 총량은 작업환경 공기 중의 농도가 노출기준 수준이라고 보았을 때의 양이며, 측정범위 및 표준편차 값은 조건에 따라 달라 질 수 있음.

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1500. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-004
---------

## 니켈카르보닐

1. 물질명 : 니켈카르보닐(Nickel carbonyl)

2. 물리·화학적 특성

구 분	니켈카르보닐
화학식	Ni(CO) <sub>4</sub>
CAS No.	13463-39-3
분자량	170.73
비중( 20 ℃)	1.318
녹는점(℃)	-25
증기압(mmHg, 20 ℃)	321

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.001	0.007	0.05	0.12	0.001	0.007
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

○ 작성일자 : 1997. 7; 2004. 8(1차 개정)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

○ 시료채취 및 분석개요

시 료 포 집	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취 + 고체흡착</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : prefilter + solid sorbent tube (0.8-<math>\mu</math>m, cellulose ester membrane + low-Ni charcoal, 120 mg/60 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.05 - 0.2 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 시료채취 총량 최소 : 7 <math>\ell</math> (at 0.001 ppm) 최대 : 80 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 실온에서 17일 저장시 회수율 95%</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 원자 흡광광도를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : AAS-Graphite furnace</p> <p>2. 전처리 : 3% 질산 1 ml를 넣고 30분간 초음파 처리</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 0.6 <math>\mu</math>g/ml</p> <p>4. 회수율 : 0.93</p> <p>5. 정 도</p> <p>(1) 범위 : 0.05 - 0.6 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 정밀도: 0.028(at 0.08 - 0.5 <math>\mu</math>g/시료)</p> <p>6. 검출한계 : 0.01 <math>\mu</math>g/시료</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지가 장착된 3단 카세트와 흡착튜브관을 연결한 시료 채취기로 시료를 채취하여 전처리 용액으로 추출시켜 시료용액을 제조한 후 AAS-graphite furnace를 이용하여 정량한다.

(2) 기구

(가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu$ m, cellulose ester membrane), 직경 37 mm 카세트홀더, 흡착



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

튜브관(120 mg/60 mg, 20/40 mesh, acid-washed activated(600 °C) coconut shell charcoal)

- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) AAS-graphite furnace
- (라) 바이엘 : 2 ml with plastic-lined screw caps
- (마) 피펫
- (바) 초음파 수욕조
- (사) 용량플라스크
- (아) 폴리에틸렌 병 : 20 ml
- (자) 미량 주사기 : 25  $\mu$ l

### (3) 시약

- (가) 증류수
- (나) 질산 : 70% (w/v)
- (다) 질산 : 3% (w/v)  
70% (w/v) 질산 31ml에 증류수를 가하여 1 l 가 되게 한다.
- (라) 니켈 저장용액, 1,000  $\mu$ g Ni/ml : 순수한 니켈금속 1 g을 최소한의 70% 질산에 넣어 녹인 후 3% 질산으로 1 l 를 만든다.
- (마) 표준원액, 50  $\mu$ g Ni/ml : 니켈저장용액 0.50 ml를 취해 3% 질산으로 10 ml가 되게 한다. 폴리에틸렌 병에 넣어 보관한다.( 1주일 정도 안정)
- (바) 아르곤 가스

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 필터가 장착된 3단 카세트 홀더, 흡착튜브, 펌프 순으로 연결한다.
  - ③ 0.05 - 0.2 l /분에서 정확한 유량으로 7 - 80 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각의 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 3% 질산 1.0 ml를 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 30분정도 초음파 처리한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 0.6  $\mu\text{g/ml}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.  
(2 - 20  $\mu\text{l}$  정도)
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

AAS-graphite furnace 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 20  $\mu\text{l}$
  - ㉡ graphite furnace  
110  $^{\circ}\text{C}$  건조 30초; 800  $^{\circ}\text{C}$  회화 15 초;  $\geq 2700$   $^{\circ}\text{C}$  원자화 10 초
  - ㉢ 파장 : 232 nm, 바탕보정 필요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE} \times 2.91, \text{ mg/m}^3$$

여기서,

- C : 분석 물질의 농도( $\text{mg/m}^3$ )
- $W_f$  : 흡착튜브 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- $W_b$  : 흡착튜브 뒤층의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- $B_f$  : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- $B_s$  : 공시료 뒤층의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- DE : 탈착효율
- 2.91 : 니켈을 니켈카르보닐로 전환시키는 변환계수

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6007. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-005
---------

## 니트로글리세린, 에틸렌글리콜디니트레이트

1. 물질명 : 니트로글리세린(Nitroglycerine), 에틸렌글리콜디니트레이트(Ethylene glycol dinitrate)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	니트로글리세린	에틸렌글리콜 디니트레이트
화학식	$(\text{CH}_2\text{ONO}_2)_2\text{CHONO}_2$	$\text{O}_2\text{NOCH}_2\text{CH}_2\text{ONO}_2$
CAS No.	55-63-0	628-96-6
분자량	227.09	152.1
비중(20 °C)	1.592	1.492
끓는점(°C)	3~13(녹는점)	75
증기압(mmHg, 25 °C)	0.00026	0.072

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
니트로글리세린	TWA	0.05	0.5	0.05	0.46	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	C0.2	C2
에틸렌글리콜 디니트레이트	TWA	0.05	0.3	0.05	0.31	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	C0.2	C1

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10, 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Tenax-GC, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 3 ℓ (at 1 mg/m<sup>3</sup>) 최대- 100 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 °C에서 최소한 25일</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 GC를 이용하여 분리한 후 ECD로 검출</p> <p>(2) 기기 : ECD 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법: 2 ml Ethanol를 넣고 30분 동안 방치</p> <p>(2) 효율: 0.92</p> <p>3. 검량선 : 1 - 45 μg/시료</p> <p>4. 정 도 : 범 위 : 3 - 45 μg/시료 정밀도: 0.063</p> <p>5. 검출한계 : 0.6 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.02 - 0.3 ppm( 15 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 고농도의 ethylene glycol mononitrate가 존재시 니트로글리콜과 피크 분리가 명확히 안 될 수 있다.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 에탄올로 탈착한 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Tenax-GC, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 1.0 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : ECD
- (라) Column : glass, 1 m x 4-mm ID; 10% OV-17 on 60/80 mesh Gas Chrom Q
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 에탄올
- (나) 니트로글리세린(에탄올에 용해된 표준용액 구입가능), 에틸렌글리콜디니트레이트
- (다) Argon/methane, 95:5(v/v) : 운반가스
- (라) 탈착효율용 원액, 3μg/μℓ : 니트로글리세린 30.0 mg과 에틸렌글리콜디니트레이트 30.0mg을 에탄올에 녹여 10ml로 만든다.
- (마) 표준원액, 0.3 μg/μℓ : 탈착효율용 원액 1 ml에 메탄올을 가하여 10 ml가 되게한다.
- (바) 수소
- (사) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.2 - 1 ℓ/분에서 정확한 유량으로 3 - 100 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 2 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 45  $\mu\text{g}$ /시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 2  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 95% argon/methane, 75 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 160  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 280  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 125  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ㉣ 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다.

(7) 기타분석방법

Tenax-GC관으로 채취하여 HPLC(UV detector) 방법.<sup>3)</sup>

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2507. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 43. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-006
---------

## N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드

1. 물질명 : N,N-디메틸포름아미드(N,N-Dimethylformamide),  
 디메틸아세트아미드(N,N-Dimethylacetamide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	N,N-디메틸포름아미드	디메틸아세트아미드
화학식	NHCO(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> CON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
CAS No.	68-12-2	127-19-5
분자량	73.09	87.12
비중(20℃)	0.949	0.937(at 25℃)
끓는점(℃)	153	164.5~166
증기압(mmHg, 25 ℃)	3.7	1.5(at 20℃)

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
N,N-디메틸포름아미드	TWA	10	30	10(A4)	30(A4)	10	30
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
디메틸아세트아미드	TWA	10	35	10(A4)	36(A4)	10	35
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 6; 2003. 7(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Silica gel, 150 mg/75 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 15 ℓ (at 30 mg/m<sup>3</sup>) 최대- 80 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 최소한 5일</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1 ml methanol를 넣고 1시간 동안 초음파처리</p> <p>(2) 효율: 0.88 - 0.949</p> <p>3. 검량선 : 0.05 - 4 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>범 위 : 0.5 - 4 mg/시료</p> <p>정 밀 도: 0.037</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 10 - 80 mg/m<sup>3</sup>( 50 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해 작용 : 알려진 것이 없음.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 메탄올로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Silica gel, 150 mg/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 1.5 m x 6-mm OD glass, 10% UCON 50-HB-5100, 2% KOH on 100/120 Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 초음파 수욕조
- (자) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 메탄올 : 시약 등급용
- (나) 디메틸포름아미드, 디메틸아세트아미드 : 시약등급용
- (다) 아세톤 : 시약등급용
- (라) 탈착효율용 원액(0.05 mg/ml) : 사용시 Dimethylformamide 또는 Dimethylacetamide를 acetone에 첨가하여 조제
- (마) 수소(H<sub>2</sub>)가스
- (바) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (사) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1 ℓ/분에서 정확한 유량으로 15 - 80 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1 ml의 메탄올을 넣고 즉시 마개를 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

③ 1시간 정도 초음파 처리를 하면서 탈착 시킨다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.05 - 4 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액 또는 탈착효율용으로 조제한 원액(3. 시약, 라 참조)을 미량 주사기를 이용하여(1-20  $\mu$ l) 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 240  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 320  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 140  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ㉣ 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

활성탄관에 채취하여 GC(FID)로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2004. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 66. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-007
---------

## 1,4-디옥산

1. 물질명 : 1, 4 - 디옥산(1, 4 - Dioxane)

2. 물리·화학적 특성

구 분	1, 4-디옥산
화학식	OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
CAS No.	123-91-1
분자량	88.11
비중(20℃)	1.034
끓는점(℃)	101
증기압(mmHg, 20 ℃)	29

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	25	90	20(A3)	72(A3)	100	360
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 8; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 0.5 ℓ (at 100 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 15 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 1주일(at 25 ℃)</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 6주일(at -10 ℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Methylene chloride 1 ml를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.88</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 7 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.2 - 7 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.017</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 5.5 - 190 ppm( 10 ℓ 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착한 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 6 m x 3-mm stainless steel packed 10% FFAP on 80/100 mesh  
Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 크로마토그래피 등급용  
\* 내부표준물질 : 0.1%(v/v) octane, decane
- (나) Dioxane : 시약 등급
- (다) 탈착효율 검정용 표준원액(0.1 mg/μℓ) : dioxane 1 g을 pentane에 넣어 10 ml가 되게 한다.
- (라) 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 0.5 - 15 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 7 mg /시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
           검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
           칼럼 (Column) : 75  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

(7) 기타분석방법

활성탄관으로 채취한 후 GC로 분석한다.<sup>3)</sup>

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1602. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-008
---------

### 3, 3' - 디클로로-4, 4'-디아미노디페닐메탄

1. 물질명 : 3, 3' - 디클로로-4, 4'-디아미노디페닐메탄  
 (3,3-Dichloro-4,4'-diaminodiphenylmethane,  
 4,4'-methylene-bis(2-chloroaniline), MOCA)

2. 물리·화학적 특성

구 분	3, 3' - 디클로로-4, 4'-디아미노디페닐메탄
화학식	$\text{CH}_2(\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}(\text{NH}_2))_2$
CAS No.	101-14-4
분자량	267.12
비중(20 °C)	1.224
용융점(°C)	98
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.02(A2)	0.22(A2)	0.01(A2)	0.11(A2)	미규정	
STEL/Ceiling(C)						

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 9; 2003.5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과 + 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : Filter + Sorbent (13 mm - glass fiber filter+silica gel tube)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :     최대 : 50 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 냉장보관</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 UV 파장에서 검출</p> <p>(2) 기기 : HPLC, UV detector</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 방법 : 메탄올 0.5 ml를 넣고 10분동안 원심분리기에서 혼합</p> <p>(2) 효율: 0.91</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 3 - 200 <math>\mu\text{g}/\text{m}^3</math></p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.07/0.05 <math>\mu\text{g}</math> sample</p> <p>5. 검출한계 : 0.15 <math>\mu\text{g}/0.5</math> ml methanol</p> <p>6. 적용 : 3 <math>\mu\text{g}/\text{m}^3</math> - 200 <math>\mu\text{g}/\text{m}^3</math> (50 ℓ 공기 채취시)</p> <p>7. 방해작용: <math>\alpha,\beta</math>-naphthylamine, o-tolidine , N-methylaniline, 3, 3' -dichlorobenzidine 등 이 MOCA와 칼럼에서 머무름 시간이 비슷하여 분석에 방해를 줄 수 있으며 습도가 높으면 실리카겔 관의 흡착능력의 감소를 가져올 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터와 실리카겔 관이 장착된 2단계 시료채취기를 이용하

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

여 채취한 후 메탄올로 탈착시켜 고성능액체크로마토그래피를 이용하여 정량한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 유리섬유 필터(13 mm), 카세트홀더(13 mm), 실리카겔 관(50 mg, 30/60 mesh)
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) HPLC-UV detector
- (라) 칼럼 :  $\mu$ Bondapak C<sub>18</sub>, 내경 0.63 cm, 길이 30 cm
- (마) 마이크로실린지 : 10  $\mu$ l
- (바) 시험관
- (사) 분액깔대기 : 250 ml
- (아) 비이커 : 250 ml
- (자) 원심분리기
- (차) 초자기구

## (3) 시약

- (가) Sulfuric acid, 0.05 N
- (나) Sodium hydroxide, 5 N
- (다) Cyclohexane
- (라) Ethyl acetate
- (마) Acetonitril
- (바) 4,4'-methylene-bis(2-chloroaniline), MOCA
  - ① MOCA 0.08 - 0.12 g을 0.05 N-황산 90 ml와 cyclohexane 90 ml를 넣은 250ml의 분액 깔대기에 넣는다.
  - ② 혼합물을 3분 동안 잘 흔들어 주면서 분리시킨다.
  - ③ 산 층 용액을 250 ml의 분액깔때기에 옮긴다.
  - ④ 다시 0.05 N황산 80 ml를 넣고 ②의 과정을 거치면서 cyclohexane 층의 용액을 추출한다.
  - ⑤ 분리된 산 층 용액은 ③의 용액에 합친다.
  - ⑥ 합친 산 용액은 cyclohexane 30 ml로 2 번 더 추출한다.
  - ⑦ 분리된 cyclohexane층 용액은 비이커로 모아서 후드 내에서 모두 증발시킨 다음 잔유물은 4% KMnO<sub>4</sub> 용액으로 녹인 후 버린다.

- ⑧ ⑤의 산 용액이 알카리화될 때까지 5 N NaOH를 가한 후 9:1(v/v) cyclo-hexane :ethyl acetate 60 ml로 두 번 추출한다.
- ⑨ 이 추출물을 비이커에 모아서 질소가스로 후드 내에서 증발시킨다.
- ⑩ 정제 건조된 MOCA 잔유물을 바이엘에 옮기고 질소가스로 바이엘 내부를 퍼징시킨 후 마개로 막고 냉장고에 보관한다. 녹는점 결정 및 HPLC 분석에 의해 MOCA의 순도를 결정한다.

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 필터 실리카겔 관 순으로 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.2 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(15분 - 8시간)
- ④ 시료 채취 후 즉시 필터와 실리카겔 관을 마개로 막아 실험실로 운반하고 보관시 냉장 보관 한다.

##### (나) 시료의 전처리

- ① 필터와 실리카겔을 1 ml 의 시험관에 옮긴다.(필요시 필터와 실리카겔을 따로 분리 하여 분석 할 수 있음)
- ② 메탄올 0.5 ml를 넣고 진탕기(Vortex mixer)로 혼합한 후 1시간 동안 방치하고 나서 10분 동안 원심분리 한다. 공시료도 같은 방법으로 분석 실시한다.

#### (5) 분석과정

##### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 일정량의 MOCA를 메탄올로 용해하여 0.3  $\mu\text{g}/\text{ml}$ 가 포함 될 수 있는 표준용액을 제조한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이 때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 사용하지 않은 필터와 실리카겔 관의 실리카겔을 바이엘에 넣고 메탄올에 용해된 MOCA의 적당량을 떨어뜨린다.
- ㉡ 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

㉔ 시료 분석과정과 동일하게 분석하여 다음 식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{회수율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

㉔ 주입량 : 10  $\mu\text{l}$

㉔ 검출기 : UV, 254 nm

㉔ 이동상 : 8 : 2(v/v) acetonitrile : water

㉔ 이동속도 : 1.3 ml/min

② 시료를 정량적으로 정확히 주입하여 측정한다.

(6) 농도계산

(가) 검량선으로부터 얻은 황화수소의 양을 채취한 공기량으로 나누어 농도를 산출한다.

$$C = \frac{\mu\text{g MOCA}}{\text{시료채취 공기량(L)} * \text{RE}}$$

C : 농도(mg/m<sup>3</sup>), RE : 회수율

(7) 기타분석방법

여과채취하여 채취 후 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): P&CAM 236. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.
2. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.241.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-009

## 디클로로메탄

1. 물질명 : 디클로로메탄[Dichloromethane, 메틸렌클로라이드(Methylene chloride)]

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	디클로로메탄
화학식	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
CAS No.	75-09-2
분자량	84.94
비중(20℃)	1.323
끓는점(℃)	40
증기압(mmHg, 20 ℃)	349

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50(A2)	175(A2)	50(A3)	174(A3)	25(Ca)	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	C125(Ca)	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1052)

### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

○ 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5( 1차 개정)



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

○ 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 활성탄관+활성탄관 (2개 Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 0.5 ℓ (at 500 ppm) 최대- 2.5 ℓ  2. 운반 : 앞과 뒤의 활성탄관을 분리하여 운반  3. 시료의 안정성 : 결정되지 않음  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법: CS <sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30 분간 방치 (2) 효율: 0.953  3. 검량선 : 0.01 - 10 mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.03 - 10 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.026(at 1.3 - 5.3 mg/시료)  5. 검출한계 : 0.01 mg/시료  6. 적용 : 9-3000 ppm( 1 ℓ 공기채취)  7. 방해작용 : 확인된 것이 없음

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 2개의 활성탄관을 연결한 시료채취기로 채취하여 이황화 탄소로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기: 활성탄관 2개를 직렬로 연결하여 사용(Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 3m x 3-mm ID stainless steel, 10% SP-1000 on 80/100 mesh  
Chrommosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) Methylene chloride
- (다) 질소 또는 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (라) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 활성탄관 2개를 양끝을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 짧게 연결한 후 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프와 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 0.5 - 2.5 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 앞, 뒤의 활성탄관을 각각 분리하여 플라스틱마개로 막은 후 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 2개의 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 시료농도(0.01 - 10 mg/ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 220 - 225  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 60 - 90  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1005. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-010

## 디클로로벤지딘

1. 물질명 : 디클로로벤지딘과 그 염(Dichlorobenzidine and it's salt)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디클로로벤지딘
화학식	C <sub>12</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub>
CAS No.	91-94-1
분자량	253.13
비중(20 ℃)	-
녹는점(℃)	132-133
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
디클로로벤지딘	TWA	-	A2	-	A3	-	Ca
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1003)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 유리섬유 여과지 (13 mm glass fiber) (3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 20 ℓ ( at 10 μg/m <sup>3</sup> ) 최대- 100 ℓ  2. 운반 : 드라이아이스에 운반  3. 시료의 안정성 : 11일( -15 ℃)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출 (2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC  2. 탈착 (1) 방법: 0.17%(v/v)triethylamine/methanol 0.5 ml를 넣고 60분간 방치 (2) 효율: 0.97  3. 검량선 : 0.05 - 7 μg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.2 - 7 μg/시료 (2) 정 밀 도 : ≤ 0.07  5. 검출한계 : 0.05 μg/시료

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 유리섬유여과지로 채취하여 탈착용액으로 탈착시킨 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피(HPLC)에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 유리섬유필터(13-mm, type AE), 필터홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) HPLC : UV-검출기

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) 시험관 : 1 ml, 폴리에틸렌 마개가 있는 것
- (마) 마이크로 실린지 : 10, 25  $\mu$ l
- (바) 용량플라스크 : 10, 100 ml
- (사) 피펫
- (아) 원심분리기
- (자) 시험관 진탕기 : vortex type

### (3) 시약

- (가) 메탄올(Methanol) : HPLC 분석등급이어야 함
- (나) 아세토니트릴(Acetonitrile) : HPLC 분석등급이어야 함
- (다) 트리에틸아민(Triethylamine)
- (라) 증류수
- (마) 벤지딘(Benzidine)
- (바) 디클로로벤지딘(3, 3'-Dichlorobenzidine)
- (사) 탈착액, 0.17% (v/v) triethylamine/methanol : 트리에틸아민 170  $\mu$ l에 메탄올을 첨가하여 100 ml가 되게 한다.
- (아) 표준원액 : 0.5  $\mu$ g/ $\mu$ l, 해당분석물질 50 mg을 정확히 달아 탈착액 100 ml에 넣어 녹여 만든다.

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 20 - 100 l 정도 되도록 한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 마개로 막고 즉시 드라이아이스로 처리하여 -15  $^{\circ}$ C에서 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 시험관에 유리섬유필터를 넣는다.
- ② 각 시험관에 탈착액 0.5 ml을 넣고 즉시 마개를 한 후 진탕기로 가끔 진탕시키면서 1시간 동안 방치한다.
- ③ 10분간 원심분리 시킨다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(시료당 0.05 - 7  $\mu\text{g}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 필터 배취당 최소한 일년에 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 4개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 시료채취용 필터를 시험관에 넣는다.
- ㉡ 표준원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 필터에 주입한다.
- ㉢ 시험관을 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 10  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 이동상 : 60% methanol/ 40% water
  - ㉢ 유량 : 1.5 ml/min
  - ㉣ 칼럼 (Column) :  $\mu\text{Bondapak C}_{18}$ , 10- $\mu\text{m}$  particles, 30 cm x 4-mm  
\* 시료중에 아닐린(aniline)존재시 Waters Radial Pak A( $\text{C}_{18}$ ) 사용
  - ㉤ 검출기 : UV, 254 nm

※ 참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보아 위 칼럼과 동등한 성질의 칼럼을 사용하면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W : 시료에 존재하는 양 (μg)
- B : 공시료에 존재하는 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5509. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-011
---------

## 메탄올

1. 물질명 : 메탄올(Methanol)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메 탄 올
화학식	CH <sub>3</sub> OH
CAS No.	67-56-1
분자량	32.04
비중(20℃)	0.792
끓는점(℃)	64.5
증기압(mmHg, 20 ℃)	115

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	200	260	200	262	200	260
STEL/Ceiling(C)	250	310	250	328	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 8; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Silica gel, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 1 ℓ (at 200 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 5 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 6 주</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법: 1 ml 증류수를 넣고 4시간방치</p> <p>(2) 효율: 0.94</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 6 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.1 - 6 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.032</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 19 - 690 ppm( 5ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 증류수로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : glass, 2 m x 2-mm ID, 60/80 mesh Tenax GC
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 증류수
- (나) 메탄올 : 시약 등급용
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 1 - 5 ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액(물)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 4시간 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(시료당 0.01 - 6 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 80  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의 : 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

(7) 기타분석방법

직접 채취하여 GC로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2000. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): S59. In *NIOSH Manual of Analytical Method*, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-012
---------

## 메틸시클로헥사논

1. 물질명 : 메틸시클로헥사논(Methylcyclohexanone)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸시클로헥사논
화학식	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> O
CAS No.	583-60-8
분자량	112.17
비중(20 ℃)	0.925
끓는점(℃)	165
증기압(mmHg, 20 ℃)	1

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	230	50	229	100	460
STEL/Ceiling(C)	75	345	75	344	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Porapak Q, 150 mg/75 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.05 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소- 1 ℓ (at 460 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>최대- 6 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 1주 이상</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID 로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1 ml Acetone를 넣고 15분 동안 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.91 - 0.94</p> <p>3. 검량선 : 0.1 - 4 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 4 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도: 0.041 ( at 0.7 - 2.9 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.09 mg</p> <p>6. 적용 : 20 - 170 ppm( 5 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 확인된 것이 없음.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 아세톤으로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Porapak Q, 150 mg/75 mg, eg. SKC Cat. No. ST 226-115)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.05 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : stainless steel, 1.2 m x 3-mm OD; packed with 50/80 mesh Porapak Q
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 아세톤, 시약등급용
- (나) 3-methylcyclohexanone, 4-methylcyclohexanone
- (다) 표준원액, 45.7 mg/ml : 50/50 (3-methylcyclohexanone/4-methylcyclohexanone) 혼합액  
457 mg( 20°C에서 0.5 ml)에 아세톤을 첨가하여 10 ml가 되게 한다.
- (라) 탈착용 원액, 274 mg/ml : 50/50 (3-methylcyclohexanone/4-methylcyclohexanone)  
혼합액 2.74 g( 20°C에서 3 ml)에 아세톤을 첨가하여 10 ml가 되게 한다.
- (마) 질소(N<sub>2</sub>) 가스
- (바) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (사) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.05 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 6 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 15분정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.1 - 4 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 260  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 190  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의 : 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2521. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-013
---------

## 메틸시클로헥사놀

1. 물질명 : 메틸시클로헥사놀(Methylcyclohexanol)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸시클로헥사놀
화학식	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O
CAS No.	25639-43-3
분자량	114.19
비중(25℃)	0.924
끓는점(℃)	173
증기압(mmHg, 20 ℃)	1

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	235	50	234	100	470
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 40px;">최소- 1 ℓ (at 100 ppm)</p> <p style="padding-left: 40px;">최대- 15 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 최소한 1주일(at 25 ℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Methylene chloride 1 ml를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.998</p> <p>3. 검량선 : 0.02 - 10 mg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.55 - 17 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도: 0.019(at 2.7-11.3 mg/sample)</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 10 - 300 ppm(12ℓ 공기채취) Methylcyclohexanol은 meta, para 이성질체가 50 : 50 정도로 존재함.</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 Methyl chloride로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 l/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 10% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb W, 3.7 m x 3.2 mm stainless steel
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 µl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 메틸렌클로라이드(Methylene chloride), 시약등급
- (나) m-Methylcyclohexanol : 시약등급
- (다) p-Methylcyclohexanol : 시약등급
- (라) 표준원액, 14.8 mg/ml: 80 µl, m-Methylcyclohexanol와 80 µl p-Methylcyclohexanol를 메틸렌클로라이드에 넣어 10 ml가 되게 한다.
- (마) 질소(N<sub>2</sub>) 가스
- (바) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (사) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 15 l 정도 시료를 채취한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

(5) 분석과정

(가). 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.02 - 10 mg/ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 230  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 230  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 140  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1404. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-014
---------

## 메틸에틸케톤

1. 물질명 : 메틸에틸케톤(Methylethylketone), 2-부타논(2-Butanone)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸에틸케톤
화학식	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O
CAS No.	78-93-3
분자량	72.12
비중(20℃)	0.805
끓는점(℃)	80
증기압(mmHg, 25 ℃)	100

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	200	590	200	590	200	590
STEL/Ceiling(C)	300	885	300	885	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

○ 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

○ 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Carbon molecular sieve, 160 mg/80 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 0.25 ℓ (at 200 ppm) 최대- 12 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 6주</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법: 1 ml CS<sub>2</sub>를 넣고 30분 동안 방치</p> <p>(2) 효율: 1.03</p> <p>3. 검량선 : 0.004 - 5 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.15 - 5 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.04</p> <p>5. 검출한계 : 0.004 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 17 - 560 ppm( 3ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 이 분석방법의 조건에서는 acetone, isopropanol의 머무름시간(Retention time)이 MEK와 유사함- 분석시 주의.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착한 후 일정량을 가스크로  
마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

(가) 채취기 : 흡착튜브 (Carbon meclular sieve, 160 mg/80 mg, eg. SKC Cat. No.226-81  
Supelco ORBO-90)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : glass or stainless steel, 4 m x 2-mm ID; 20% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on supelcoport 100/120
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 크로마도그래피 등급용  
\* 내부표준물질 : 0.1%(v/v) benzene/CS<sub>2</sub>
- (나) 메틸에틸케톤 : 시약 등급용
- (다) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He)
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 0.25 - 12 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

**(5) 분석과정**

- (가) 검량선 작성과 정도관리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 시료농도(0.004 - 5 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 55 - 75  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(6) 농도계산**

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

**(7) 기타분석방법**

실리카겔 관으로 채취하여 GC(FID)로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

**참고문헌**

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2500. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 16. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-015
---------

## 무기산류

1. 물질명 : 불화수소(Hydrogen fluoride, 불산), 브롬화수소(Hydrogen bromide), 염화수소(Hydrogen chloride, 염산), 인산(Phosphoric acid), 질산(Nitric acid), 황산(Sulfuric acid)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	불화수소	브롬화수소	염화수소	인산	질산	황산
화학식	HF	HBr	HCl	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
CAS No.	7664-39-3	10035-10-6	7647-01-0	7664-38-2	7697-37-2	7664-93-9
분자량	20.01	80.92	36.46	97.99	63.01	98.08
비중	0.987	2.16	1.194	1.7	1.50	1.84
끓는점(°C)	19.5	-66.8	- 85.06	260	83	290
증기압 (mmHg, 20°C)	> 760	>760	> 760	0.03	2.9	< 0.001

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

3. 노출기준 :

물질명	구분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
불화수소	TWA	-	-	-	-	3	-
	STEL/Ceiling(C)	3(C)	2.5(C)	3(C)	2.3(C)	-	-
브롬화수소	TWA	-	-			3	10
	STEL/Ceiling(C)	3(C)	10(C)	3(C)	9.9(C)	-	-
염화수소	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	5(C)	7.5(C)	2(C,A4)	2.98(C,A4)	5(C)	7.5(C)
인산	TWA	-	1	-	1	-	1
	STEL/Ceiling(C)	-	3	-	3	-	-
질산	TWA	2	5	2	5.2	2	5
	STEL/Ceiling(C)	4	10	4	10	-	-
황산	TWA	-	1	-	1(A2)	-	1
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	3(A2)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 10(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (washed silica gel, 400 mg/200 mg with glass fiber filter plug)</p> <p>(3) 시료채취 유량: 0.2 - 0.5 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :     최소- 3 ℓ     최대- 100 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25에서 21 ℃정도 안정함.</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장     공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 이온크로마토그래피를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : 이온크로마토그래피</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 탈착액 : 10 ml 1.7 mM NaHCO<sub>3</sub>/     1.8mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 시료당 0.001 - 0.3 mg 정도</p> <p>4. 정 도 : 표 1</p> <p>(1) 범 위 :</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 표 1</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 시료채취기를 통과시킨 후 탈착시켜 이온크로마토그래피를 이용하여 정량한다.

##### (2) 기구

(가) 채취기 : washed silica gel, 400 mg/200 mg with glass fiber filter plug( 일반적인 상품명 : Supelco ORBO 53등), 필터홀더



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 0.5 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) 이온크로마토그래피
- (라) 수욕조(water bath)
- (마) 열판
- (바) 원심분리튜브 : 마개가 있는 플라스틱 원추형 원심분리튜브, 15 ml
- (사) 주사기 : 10 ml, 루어팁(luer tip)이 있는 폴리에틸렌 주사기
- (아) 루어팁 필터 : 막여과지(Membrane filter, 13 - mm, 0.8 μm pore size)
- (자) 마이크로 피펫
- (차) 용량플라스크 : 50, 100 ml
- (카) 시계
- (타) 폴리에틸렌 병 : 100 ml

**(3) 시약**

- (가) NaHCO<sub>3</sub>
- (나) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- (다) 0.45 μm 막여과지로 여과한 증류수
- (라) 추출액, Bicarbonate/carbonate 완충용액(1.7 mM NaHCO<sub>3</sub>/1.8 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>):  
0.5712 g NaHCO<sub>3</sub>와 0.7631 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>을 정확히 달아 다.항의 증류수를 첨가 하여 4ℓ가 되게 한다.
- (마) 표준원액, 1 mg/ml(음이온으로) : 해당하는 물질의 염을 아래와 같이 증류수에 녹여 만든다.
  - ① Fluoride : 0.2210 g NaF/100 ml
  - ② Chloride : 0.2103 g KCl/100 ml
  - ③ Nitrate : 0.1371 g NaHCO<sub>3</sub>/100 ml
  - ④ Sulfate : 0.1814 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/ 100 ml
  - ⑤ Bromide : 0.1288 g NaBr/ 100 ml
  - ⑥ Phosphate : 0.1433 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>/ 100 ml

\* 주의: 산류는 피부, 눈, 점막등을 자극하므로 취급시 주의해야하며 특히 불화수소 취급시 유리제품은 피하고 플라스틱류를 사용해야한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 시료채취기의 흡착튜브 양끝을 절단하고 유연성 튜브를 이용하여 펌프를 연결시킨다
- ③ 0.2 - 0.5ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 3 - 100 ℓ 정도 되도록 한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 유리섬유 필터마개를 15-ml 원추형 원심분리튜브에 넣는다.
- ② 흡착튜브의 뒤 층을 다른 15 ml 원추형 원심분리튜브에 넣는다. 이때 우레탄폼 마개는 버린다.
- ③ 원심분리튜브에 추출액 6 - 8 ml을 넣고 끓고 있는 수욕조에서 10분 정도 가열 한다
  - \* 주의: 탈착에 사용되는 추출액과 이온크로마토그래피에 사용되는 추출액은 같이 만든 추출액이어야 한다.( 불소이온과 염소이온 근처에서 나타나는 carbonate/bicarbonate 피크를 피하기 위함)
- ④ 냉각시킨 후 추출액을 첨가하여 10.0 ml로 희석 시킨다.
- ⑤ 원심분리튜브에 마개를 막고 격렬히 흔든다.
- ⑥ 루어팁이 장착된 주사기에 시료를 넣어 여과한다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(시료당 각 음이온의 농도가 0.001 - 0.3 mg 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - \* 표준용액은 폴리에틸렌 병에 완전히 밀봉하여 보관해야 하며 1주일 정도 사용 가능함.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 검량선 작성시 한축은 각 음이온의 피크 높이이고 또 다른 한축은 음이온 농도로서 검량선을 작성한다.

(나) 분석

제조회사의 지침에 따라 이온크로마토그래피를 작동시킨다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

① 기기 조건

㉠ 주입량 : 50  $\mu$ l

㉡ 칼럼 : HPIC-AS4A anion separator, HPIC-AG4A guard, anion micro membrane suppressor

㉢ 전도도 설정 : 10 $\mu$ s full scale

② 피크 높이를 측정한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) * F}{V}$$

C : 해당물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층에 존재하는 음이온의 양( $\mu$ g)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층에 존재하는 음이온의 양( $\mu$ g)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층에 존재하는 음이온 양( $\mu$ g)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층에 존재하는 음이온 양( $\mu$ g)

V : 채취 공기량( $\ell$ )

F : 음이온을 산으로 전환하는 계수

- HF : 1.053, HCl : 1.028, HNO<sub>3</sub> : 1.016, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 1.021, HBr: 1.012,  
H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: 1.032

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

표 1. 각 물질의 측정범위, 표준편차 및 검출한계

물 질 명	측정범위	정확도	검출한계
	$\mu\text{g}/\text{시료}$		$\mu\text{g}/\text{시료}$
불산	0.5 - 200	$\pm 23.4$	0.7
브롬화수소	3 - 960	$\pm 16.5$	0.9
염산	0.5 - 200	$\pm 11.9$	0.6
인산	3 - 100	$\pm 19.7$	2.0
질산	3 - 500	$\pm 18.7$	0.7
황산	3 - 100	$\pm 19.4$	0.9

### (7) 기타분석방법

- (가) 불산 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>2)</sup>
- (나) 염산 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>3)</sup>
- (다) 질산 : 액체채취하여 GC-FID로 분석하는 방법<sup>4)</sup>
- (라) 황산 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>5)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7903. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 183
3. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 259
4. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 271
5. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 287

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-016
---------

## 방향족 탄화수소류

1. 물질명 : 벤젠(Benzene), 스티렌(Styrene), 에틸벤젠(Ethylbenzene), 톨루엔(Toluene), 크실렌(Xylene)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	Ethylbenzene	Benzene	Styrene	Toluene	Xylene		
					orto	meta	para
화학식	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>
CAS No.	100-41-4	71-43-2	100-42-5	108-88-3	95-47-6	108-38-3	106-42-3
분자량	106.2	78.11	104.15	92.14	106.17	106.17	106.17
비 중 (20 °C)	0.87	0.879	0.906	0.867	0.880	0.864	0.861
끓는점(°C)	136.1	80.1	145.2	110.6	144.4	139.1	138.4
증기압 (mmHg, 25°C)		95.2	6.1	28.4	6.7	8.4	8.8

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### 3. 노출기준

물질명	구분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
Benzene	TWA	1(A2)	3(A2)	0.5(A1)	1.6(A1)	1	3
	STEL/Ceiling(C)	-	-	2.5(A1)	8(A1)	5	15
Ethylbenzene	TWA	100	435	100(A3)	434(A3)	100	435
	STEL/Ceiling(C)	125	545	125(A3)	543(A3)	-	-
Styrene	TWA	50	215	20(A4)	85(A4)	100	-
	STEL/Ceiling(C)	100	425	40(A4)	170(A4)	200(C)	-
Toluene	TWA	100	375	50(A4)	188(A4)	200	-
	STEL/Ceiling(C)	150	560	-	-	300(C)	-
Xylene(o,m, ,p-isomers)	TWA	100	435	100(A4)	434(A4)	100	435
	STEL/Ceiling(C)	150	655	150(A4)	651(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취            (1) 방법 : 고체채취            (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브            (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)            (3) 시료채취 유량 및 총량 : 표 2</p> <p>2. 시료운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 결정되지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장            공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기            (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한후            FID로 검출            (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착            (1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치            (2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도            (200 l 채취시 )</p> <p>4. 정 도 : 표 2</p> <p>5. 검출한계 : 0.001 - 0.01 mg/시료            (capillary column 사용할 때)</p> <p>6. 기타 : 물질상호간의 간섭, 높은 습도에            의해 시료과과 공기량 또는 탈착효율에            영향을 미칠 수 있음.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : Solid Sorbent Tube ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3.0 m x 2-mm, 10% OV-275 on 100/200 mesh Chromosorb W-AW 또는 이와 같은 성능의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 5-, 10-, 25-, 100 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 하며 적절한 내부 표준 물질을 포함하고 있어야 한다.
- (나) 내부표준물질 : 분석하고자 하는 물질종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다. 단 스티렌의 경우 1ℓ/분까지도 가능하다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반하며, 운반의 경우 냉장상태에서 하는 게 좋다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액인 이황화탄소를 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다. (대략 한 시료당 0.01 - 10 mg의 분석물질이 포함되도록 한다)
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 225  $^{\circ}$ C  
 칼 럼 (Column) : 위 조건하에서의 분석물질의 머무름 시간(표 2.)을 참고하여 적절히 선택한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

표 1. 분리관의 온도에 따른 몇 가지 물질의 머무름 시간

분석물질	온도에 따른 대략적인 머무름 시간(분)			
	50 °C	100 °C	150 °C	온도상승*
Benzene	2.5	-	-	2.5
Toluene	4.3	1.1	-	4.2
Xylene(para)	7.0	1.4	-	5.2
Ethylbenzene	7.0	1.4	-	5.5
Xylene(meta)	7.2	1.5	-	5.6
Xylene(ortho)	10.0	1.9	-	6.5
Styrene	16.0	2.6	-	7.6

\* : 50 °C에서 3분, 15 °C/분, 200 °C까지의 온도프로그래밍을 말한다.

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다. 5.2.2 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$B_f$  : 공시료 앞 층의 양 (mg)  
 $B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 (mg)  
 $V$  : 채취 공기량( $\ell$ )  
 $DE$  : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

표 2. 시료채취 유량, 총량, 측정범위 및 표준편차

물 질	유량(L/min)	총 량(L)		측 정	
		최소	최대	범위(mg)	정 밀 도
Benzene	$\leq 0.20$	5	30	0.09-0.35	0.036
Styrene	$\leq 1.0$	1	14	2.17-8.49	0.013
Toluene	$\leq 0.20$	1	8	1.13-4.51	0.011
Xylene	$\leq 0.20$	2	23	2.60-10.4	0.010

\* 시료채취 유량 및 총량은 작업환경 공기중의 농도가 노출기준 수준이라고 보았을 때의 양이며, 측정범위 및 표준편차 값은 조건에 따라 달라 질 수 있음.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1501. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-017

## 베타프로피오락톤

1. 물질명 : 베타-프로피오락톤( $\beta$ - Propiolactone)

2. 물리·화학적 특성

구 분	베타-프로피오락톤
화학식	OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CO
CAS No.	57-57-8
분자량	72.06
비중(20 °C)	1.146
끓는점(°C)	-
증기압(mmHg, 25 °C)	3.4

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.5(A2)	1.5(A2)	0.5(A3)	1.5(A3)	미 규 정 Ca	
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-		

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1003)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 07
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 직접채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 200 ml의 가스타이트 실린지를 이용하여 100 ml정도 시료공기를 채취한다.</p> <p>(3) 시료채취 유량 :</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>2. 운반 :</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <p>4. 공시료 :</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 직접채취하여 GC를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : GC - FID</p> <p>2. 검량선 : 일정량의 베타프로피오락톤을 아세톤(수분함량이 0.1% 이하인 것)에 녹여 만든다.</p> <p>3. 분석조건</p> <p>(1) 칼럼 : : Glass, 4.0 m x 4-mm, 20% OV-210 on 60/80 mesh Chromosorb W</p> <p>(2) 온도</p> <p style="padding-left: 20px;">도입부 : 150 °C</p> <p style="padding-left: 20px;">검출부 : 170 °C</p> <p style="padding-left: 20px;">칼 럼 : 130 °C</p> <p>(3) 운반가스 : 질소, 130 ml/분</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 :</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 :</p>

\* 이 물질 분석방법의 경우 산업위생분야에서 쓰일 수 있도록 충분히 검증된 방법이 없는 상태임.

### 참고문헌

標準作業環境測定指導書, p. 235, 韓國分析資料 出版社, 서울(1982)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-018
---------

## 벤조트리클로리드

1. 물질명 : 벤조트리클로리드(Benzotrichloride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	벤조트리클로리드
화학식	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>3</sub>
CAS No.	98-07-7
분자량	195.47
비중(25 ℃)	1.38
끓는점(℃)	221
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.2

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	미 규 정		-	-	미 규 정	
STEL/Ceiling(C)			C0.1(A2)	C0.8(A2)		

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : Tenax GC관 (3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 12 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : - 20 °C에서 2주간 안정  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC로 분리 후 FID로 검출 (2) 기기 : GC-FID  2. 탈착 (1) 방법 : CCl <sub>4</sub> 1 ml씩 넣고 10분간 초음파 처리 (2) 효율: 2주 이내 분석시 100%  3. 검량선 : 5 - 50 μg/ml  4. 정 도 : (1) 범 위 : (2) 정 밀 도 :  5. 검출한계 : 0.01 μg/ml

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관을 통과 시켜 시료를 채취한 후 CCl<sub>4</sub>로 탈착시켜 GC에 주입하여 FID로 검출 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : Tenax 관 (50 mg/100 mg, eg. SKC. Cat. No. 226-35-03)
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) GC - FID
- (라) Column : 1.8 m x 3-mm glass, 2% OV 101 with 80/100 mesh Chromosorb WHP
- (마) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (바) 원심분리기
- (사) 초자기구등

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### (3) 시약

- (가) Benzotrichloride
- (나) Carbon tetrachloride
- (다) Decane
- (라) 질소(N<sub>2</sub>)
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 다시 펌프에 연결한다.
- ③ 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(최대 12 l 까지 시료채취 가능)
- ④ 시료채취가 끝나면 즉시 마개로 막아 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 앞, 뒤층을 분리하여 5 ml의 원심분리관에 넣고 여기에 1 ml의 사염화탄소를 가한 후 10 분간 초음파 처리한다.
- ② 이 이용액을 원심분리한 후 상등액을 시료용액으로 한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.  
\* Benzotrichloride 10 μl를 취해 10 ml의 사염화탄소에 녹여 1차 표준용액(1376 μg/ml)를 만든 후 이를 적당히 희석하여 5 - 50 μg/ml 범위에서 표준용액을 제조한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브의 앞 층에 주입한다.
- ㉡ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉕ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉖ 주입량 : 2  $\mu$ l
  - ㉗ 운반가스: 질소, 40 ml/min
  - ㉘ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 110  $^{\circ}$ C 1분, 6  $^{\circ}$ C/분, 164  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

5.3 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W : 시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)
- B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

V : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_i/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
2. 環境有害物の測定と評價 下卷. 1980. P. 271.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-019
---------

## 벤지딘, 디아니시딘

1. 물질명 : 벤지딘(Benzidine), 디아니시딘(o-Dianisidine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	벤 지 딘	디아니시딘
화학식	C <sub>12</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub>	[C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> C(OCH <sub>3</sub> )NH <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>
CAS No.	92-87-5	119-90-4
분자량	184.25	244.32
비중(20 ℃)	-	-
녹는점(℃)	115-120	147
증기압(mmHg, 20 ℃)	-	-

3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
벤지딘	TWA	-	A1	-	A1	-	Ca
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
디아니시딘	TWA	미 규 정		미 규 정		미 규 정	
	STEL/Ceiling(C)	미 규 정		미 규 정		미 규 정	

Ca. : 발암물질로 규정(Carcinogen, 29 CFR 1910.1010)

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 8
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : PTFE 여과지 (5-<math>\mu</math>m PTFE membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량: 1 - 3 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 150 <math>\ell</math> ( at 0.1 mg/m<sup>3</sup>) 최대- 500 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 햇빛을 차단하여 드라이아이스로 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일( 25 <math>^{\circ}</math>C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>*벤지딘염산염의 경우도 시료전처리과정에서 벤지딘으로 전환되므로 이 분석방법을 사용할 수 있음.</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법: 물 2 ml를 넣고 15 분간 초음파 처리</p> <p>(2) 효율: 0.75 - 1.003</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 15 - 250 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.04 - 0.08</p> <p>5. 검출한계 : 3 <math>\mu</math>g/시료</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 유리섬유여과지로 채취하여 탈착용액으로 탈착시킨 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피(HPLC)에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : PTFE filter(5- $\mu$ m, 37-mm)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 3 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) HPLC : UV-검출기
- (라) 마이크로 실린지 : 10, 25, 50 μℓ
- (마) 비이커 : 50 ml
- (바) 핀셋
- (사) 용량플라스크 : 10, 100 ml
- (아) 피펫
- (자) 원심분리기
- (차) 시험관 진탕기 : vortex type

### (3) 시약

- (가) 증류수
- (나) 메탄올 : HPLC 분석등급이어야 함
- (다) 벤지딘(Benzidine)
- (라) 디아니시딘(o-Dianisidine)
- (마) 표준원액 : 아래의 양을 메탄올로 녹여 그 부피가 10 ml가 되게 한다.(4℃에서 1개월간 안정)
  - 벤지딘 : 15.6 mg
  - 디아니시딘 : 5.6 mg
- (바) Disodium hydrogen phosphate, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>
- (사) Potassium dihydrogen phosphate, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>
- (아) 이동상 완충용액 : Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 3.39g 과 KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 4.30 g을 증류수에 녹여 그 부피가 1ℓ가 되게 한다.(매일 조제)
- (자) 환원 완충용액
  - ① solution A : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.179g 과 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 4.30g을 증류수에 녹여 1ℓ가 되게 한다.  
(매일조제)
  - ② solution B : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 11.79g 과 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 43.0g을 증류수에 녹여 1ℓ가 되게 한다.  
(매일조제)
- (차) 환원용액 : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 200 mg을 벤지딘의 경우 자.의 ②완충용액에, 디아니시딘의 경우 자.의 ①완충용액에 녹여 10 ml가 되게 한다.(사용시 조제)

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 1 - 3ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 150 - 500ℓ 정도 되도록 한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 마개로 막고 알루미늄호일 등으로 감싸 햇빛을 차단한 후드 라이아이스로 처리하여 운반한다.

## (나) 시료의 전처리

- ① 50 ml 비이커에 필터를 넣는다.
- ② 각 비이커에 탈착액(증류수) 1.0 ml을 넣고 흔든다.
- ③ 다시 탈착액(증류수) 1.0 ml을 넣고 흔든다.
- ④ 필터를 뒤 집은 후 15분간 초음파 처리한다.
- ⑤ 탈착액 1.0 ml를 4 ml 바이엘에 넣는다.
- ⑥ 환원용액 1.0 ml를 넣는다.(만약 침전물이 발생할 경우 만약 Solution A로 만든 환원용액을 넣은 경우라면 Solution B로 만든 환원용액을 첨가 한다. 반대의 경우는 반대로 처리하면 된다.)

## (5) 분석과정

## (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도( 0.38 - 16  $\mu\text{g/ml}$  벤지딘, 0.56 - 11.7  $\mu\text{g/ml}$  디아니시딘)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 표준원액을 희석하여 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 필터 배취당 최소한 일년에 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 4개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 시료채취용 필터를 비이커에 넣는다.
- ㉡ 표준원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 필터에 주입한다.
- ㉢ 건조시킨다
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/주입량

## (나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

과 같이 한다.

① 기기 조건

㉠ 주입량 : 10  $\mu$ l

㉡ 이동상 : 60 % methanol/ 40% water

㉢ 유량 : 2 ml/min(벤지딘), 1 ml/min(디아니시딘)

㉣ 칼럼 (Column) : 10 cm x 8-mm ID, Waters Radial Pak C<sub>18</sub>, 10- $\mu$ m particles, with Radial Compression Module or equivalent

㉤ 검출기 : UV, 280 nm

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보아 위 칼럼과 동등한 성질의 칼럼을 사용하면 된다.

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)

B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)

V : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5013. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-020
---------

## 브롬화메틸

1. 물질명 : 브롬화메틸(Methyl bromide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	브롬화메틸
화학식	CH <sub>3</sub> Br
CAS No.	74-83-9
분자량	95
비중(0 °C)	1.7
끓는점(°C)	4
증기압(mmHg, 20 °C)	1250

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	20	1(A4)	3.9(A4)	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	20(C)	80(C)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 활성탄관 2개 연결 (Front tube(400 mg)+ backup tube(200mg)) (3) 시료채취 유량 : 0.75 - 1 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 최대- 11 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 알려지지 않음  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC로 분리 후 FID로 검출 (2) 기기 : GC-FID  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 2 ml씩 넣고 30분간 방치 (2) 효율:  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 35 - 150 mg/m <sup>3</sup> (2) 정 밀 도 : 0.013  5. 검출한계 :

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관을 통과 시켜 시료를 채취한 후 CS<sub>2</sub>로 탈착시켜 GC에 주입하여 FID로 검출 정량한다.

(2) 기구

- ① 채취기 : 2개의 Petroleum base의 활성탄관 (front tube(400 mg), backup tube(200 mg), eg. SKC. Cat. No. 226-38-02)
- ② 개인시료 채취용 펌프
- ③ GC - FID
- ④ Column : 6.1 m x 3.9-mm stainless steel, 100/120 mesh Supelcoport
- ⑤ 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- ⑥ 초자기구등

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(3) 시약**

- ① 이황화탄소 : 크로마토그래피용
- ② Methyl bromide : 99.5%
- ③ Decane
- ④ 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- ⑤ 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- ⑥ 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- ① 시료채취
  - ㉠ 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ㉡ 시료채취 바로 전에 두 개의 활성탄관을 400 mg, 200 mg 순으로 연결하고 이를 유연성 튜브를 이용하여 다시 펌프에 연결한다.
  - ㉢ 0.75 - 1 ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(최대 11 ℓ 까지 시료채취 가능)
  - ㉣ 시료채취가 끝나면 즉시 마개로 막아 운반한다.

(나) 시료의 전처리

앞, 뒤의 활성탄관의 활성탄을 각각 분리하여 5ml용량의 시험관에 넣고 이황화탄소 2 ml를 넣은 다음 마개를 막고 30분간 탈착 시킨다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - \* Methyl bromide 표준용액 제조 : methyl bromide 가스를 CS<sub>2</sub> 용액 내에서 버블링 시켜서 제조하며 이 용액의 농도는 표준가스와 비교하여 결정한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 분석대상물질(methyl bromide가 들어 있는 CS<sub>2</sub> 용액)을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브에 주입한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉕ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉖ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉗ 주입량 : 2  $\mu$ l
  - ㉘ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉙ 온도 : 도입부(Injector) : 155  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 200  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 65  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

W : 시료에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )

B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )

V : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): P&CAM 372. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.
2. OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-021

## 삼산화 비소

1. 물질명 : 삼산화비소(Arsenic trioxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	삼산화비소
화학식	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
CAS No.	1327-53-3
분자량	197.84
비중( 25 °C)	-
녹는점(°C)	275
증기압(mmHg, 25 °C)	5.6x10 <sup>-5</sup>

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	A2	0.01(A1)	-	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

- 작성일자 : 1997. 08; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 여과지 (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -impregnated, 0.8- $\mu$ m Cellulose ester membrane + backup pad) (3) 시료채취 유량 : 1 - 3 $\ell$ /min (4) 총량 : 최소 : 30 $\ell$ (at 0.01 mg/m <sup>3</sup> ) 최대 : 1000 $\ell$  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 안정함  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 삼산화비소를 여과채취하여 원자흡광광도계로 분석 (2) 기기 : AAS-Graphite furnace  2. 전처리 (1) 방법 : 15 ml 질산 + 6 ml 과산화수소 를 가한 후 150 $^{\circ}$ C에서 가열 (2) 효율: 0.93  3. 검량선 : 0 - 1.25 $\mu$ g As/ml  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.3 - 13 $\mu$ g/시료 (2) 정 밀 도 : 0.029  5. 검출한계 : 0.06 $\mu$ g/시료  6. 적용 : 0.001 - 0.06 mg/m <sup>3</sup> (200 $\ell$ 채취시)

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 통과시켜 측정대상물질을 채취한 후 시료 전처리를 하여 원자흡광광도계(AAS-Graphite furnace)를 이용하여 정량한다.

**(2) 기구**

- ① 채취기 : Cellulose ester membrane(CEM) filter(0.8- $\mu$ m pore size, 37 mm diameter), 카세트 홀더
- ㉠ 카세트에 패드와 여과지를 장착하고 흡입구 마개를 연다
- ㉡ 20:1(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>:glycerol solution) 250 ml를 마이크로 피펫을 이용하여 여과지 전체면에 흡수되도록 주입한다.
- ㉢ 진공펌프류를 이용하여 깨끗한 공기를 30 - 60  $\ell$  정도 흡인한다.
- ㉣ 실온에서 하룻밤 정도 방치하여 건조시키거나 오븐을 이용하여 120  $^{\circ}$ C에서 8시간 정도 건조 시킨 후 카세트의 마개를 막는다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉞ 제조 후 1주일 이내에 사용
- ② 개인시료 채취용 펌프
- ③ 원자흡광광도계 - Graphite furnace
- ④ 비소 증공 음극램프
- ⑤ 가열판
- ⑥ 스팀수욕조(Steambath)
- ⑦ 초자기구

### (3) 시약

- (가) 질산
  - (나) 1%(v/v) 질산
    - 질산 10 ml에 증류수를 가하여 1 l 가 되게 한다.
  - (다) Hydrogen peroxide(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 30%(w/w)
  - (라) Ni<sup>2+</sup> in 1% HNO<sub>3</sub>, 1000 μg/ml
    - Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 4.95g에 1% 질산을 가해 1 l 가 되게 한다.
  - (마) 표준용액, 1000 μg As/ml
    - ① As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.320 g을 20%(w/v) KOH 25 ml에 녹인다.
    - ② 페놀프탈레인 적정점까지 20%(v/v) 질산으로 중화 시킨다.
    - ③ 1% 질산을 가하여 1 l 로 만든다.
    - ※ 상품화된 것 구입 가능
- (바) M Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> : glycerol 용액, 20:1
  - Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 9.5 g을 증류수 100 ml로 희석하고 순수한 glycerol 5 ml를 가한다.
- (사) 아르곤가스

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 1 - 3 l/분에서 정확한 유량으로 30 - 1000 l 를 채취한다.(시료채취시 총면지 양이 2 mg을 초과 하지 않도록 한다.)
- (나) 시료의 전처리
  - ① 채취된 필터와 패드를 비이커에 옮긴다.

- ② 진한 질산 15 ml를 가한 후 유리덮개를 덮는다.(이 때 공시료도 같이 실시한다)
- ③ 총 액량이 1 ml 정도가 될 때 까지 150 °C 가열판에서 가열한다.
- ④ 유리덮개 및 비이커 내벽을 증류수로 잘 씻어 시료용액에 합한 후 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 6 ml를 가한다.
- ⑤ 스팀 수욕조에서 건조할 때까지 증발시킨다.
- ⑥ 비이커를 식힌 후 1000 µg/ml Ni<sup>2+</sup> 10.0 ml를 가한 후 마개로 막고 30분 동안 초음파 처리한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 표준용액 1000 µg As/ml 과 1000 µg/ml Ni<sup>2+</sup> 용액을 1:100으로 희석한다.(10.0 µg As/ml), 사용할 때 조제
- ② 0 - 1.25 µg/ml의 범위에서 표준용액을 제조하여 검량선을 작성한다.  
5.1.1의 용액 일정량을 10 ml 용량플라스크에 넣고 1000 µg/ml Ni<sup>2+</sup> 용액으로 희석한다.
- ③ 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ④ 회수율(RE)을 구한다.
  - ㉠ 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
  - ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개 씩 떨어뜨린다.
    - \* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음
  - ㉢ 나.항의 시료제조과정과 동일하게 처리하여 시료를 제조하여 분석한 다음 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율(RE)} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

### (나) 분석

원자흡광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 하여 분석한다.

#### ※ 기기조건

- ① 분석물질 : As
- ② 주입량 : 25 µl



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ③ 건조 : 100 °C, 70초
- ④ 회화 : 1,300 °C, 30초
- ⑤ 원자화 : 2,700 °C, 10초
- ⑥ 파장 : 193.7 nm

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V * RE}$$

C : 농도(mg/m<sup>3</sup>)

C<sub>s</sub> : 분석값(시료값, μg/ml), V<sub>s</sub>(시료부피, ml)

C<sub>b</sub> : 공시료 분석값(μg/ml), C<sub>s</sub>(공시료부피, ml)

V : 공기부피(ℓ), RE : 회수율

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7901. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7300. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-022
---------

## 석 면

### 1. 물질명 : 석면(Asbestos)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	석 면
화학식	3MgO · 2SiO <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O(chrysotile)
CAS No.	12172-73-5(Amosite), 12001-29-5(Chrysotile), 12001-28-4(Crocidolite)
분자량	Various
비중( 25 ℃)	2.9 - 3.2
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	fiber/cc	ppm	fiber/cc	ppm	fiber/cc
백석면(Chrysotile)	TWA	-	0.1(A1)	-	0.1(A1)	-	0.1(Ca)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	1(30분)
황석면(Amosite)	TWA	-	0.1(A1)	-	0.1(A1)	-	0.1(Ca)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	1(30분)
청석면(Crocidolite)	TWA	-	0.1(A1)	-	0.1(A1)	-	0.1(Ca)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	1(30분)

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1001)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

#### 4. 분석방법

석면분석법에는 위상차현미경을 이용 공기 중 시료의 석면 함유량을 분석하는 정량분석법과 편광현미경 또는 X-선 회절장치, 전자현미경 등을 이용 고체 시료를 포함한 시험물질의 석면함유 여부를 판단하는 정성분석법 등이 있다. 본 지침은 석면의 정량분석에 사용되는 위상차현미경법과 정성분석을 중심으로 한 정성, 정량분석에 많이 사용되는 편광현미경법에 대한 분석방법을 정한다.

##### 4.1 위상차현미경법

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 여과지 (0.45 - 1.2 <math>\mu\text{m}</math> Cellulose ester membrane, 25 mm; conductive cowl on cassette)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 - 16 <math>\ell/\text{min}</math></p> <p>(4) 총 량 : 최 소 : 400 (at 0.1 fiber/cc) 최 대 : 100 - 1300 fiber/<math>\text{mm}^2</math> 정도 채취 되도록 유량 조정</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 막여과지에 시료를 채취한 후 전처리하여 위상차 현미경으로 분석</p> <p>(2) 기기 : Phase contrast light microscope (PCM)</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 방법 : Acetone-collapse/triacetin-immersion method</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 100 - 1300개/<math>\text{mm}^2</math></p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.10 - 0.12</p> <p>5. 검출한계 : 7 개/<math>\text{mm}^2</math></p> <p>6. 적용 : 0.04 - 0.5 개/cc (1000 <math>\ell</math> 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 석면종류의 감별 및 섬유상 물질과의 구분이 어렵다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 통과시켜 측정대상물질을 채취한 후 시료전처리를 하여 위상차 현미경을 이용하여 길이가 5  $\mu\text{m}$ 보다 크고, 길이 대 넓이의 비가 3:1을 초과하는 석면섬유를 직접 계수한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : Cellulose ester membrane(CEM) filter(0.45 - 1.2 $\mu\text{m}$  pore size, 직경: 25 mm) 와 패드가 장착된 전도성 통이 있는 직경 25 mm의 3 부분 카세트(직경 37mm

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

의 필터 및 카세트도 사용 가능함)

※ Open face로 시료채취 할 것

- ① 사용하지 않은 여과지의 섬유수가 계수면적 100 시야당 5개 이상으로 오염된 것은 사용 불가.
- ② 카세트의 카울이 정전기를 띄지 않도록 전도성이 처리되어 있으면 정전기의 방해 작용이 없어 시료채취가 더욱 양호함.
- ③ 위상차 현미경 분석시 0.8  $\mu\text{m}$ 의 여과지를 사용한다. 0.45  $\mu\text{m}$  여과지는 전자 현미경으로 분석시 필요하나 일반적으로는 압력강하가 커서 부적당하다.

(나) 개인시료 채취용 펌프

(다) 위상차현미경 : 대안렌즈(10x), 대물렌즈(40 - 45x), 총배율(약 400배), 구경수차 (numerical aperture; 0.65 - 0.75)

(라) 슬라이드글라스 : 25 x 75 mm

(마) 커버글라스 : 22 x 22 mm, No. 1 -  $\frac{1}{2}$

(바) 라커나 메뉴큐어

(사) 수술용칼 : # 10

(아) 핀셋

(자) 마이크로피펫 : 5 - 500  $\mu\text{l}$

(차) 현미경계수자 : Walton-Beckett graticule, Type G-22, 시야면적 : 0.00785  $\text{mm}^2$

(카) Stage micrometer(0.01 mm division)

(타) 아세톤 증기화 장치

삼각플라스크(200 - 250 ml)에 유리관(길이 16 - 22 cm)이 연결된 고무마개를 끼운다.(마개에 구멍을 뚫어 유리관을 플라스크안으로 10 - 12 cm정도 들어가게 하고, 고무관 밖의 유리관(8-10 cm)은 알코올 램프를 사용하여 수평으로 20 - 30도가 되도록 구부린다. 또는 제품으로 나와 있는 슬라이드 글라스 투명화 '가열 알루미늄 블록(heated aluminium block)'을 사용해도 된다.

### (3) 시약

(가) 아세톤

(나) Triacetin(glycerol triacetate) : 시약등급

### (4) 채취 및 처리

## (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 카세트는 근로자의 호흡위치(코로부터 반경 30cm 이내)에 위치하도록 하고 상단부 뚜껑을 열어 공기가 흡입되는 쪽을 열린면으로 하고 바닥으로 향하도록 한다.
- ③ 2개 이상(또는 총시료의 10%이상)의 공시료를 준비하는데 공시료 카세트 상단부의 작은 뚜껑을 제거하고 마개와 카세트를 깨끗한 장소(상자나 가방)에 보관한다.
- ④ 시료는 0.5 - 16ℓ/분의 유량으로 채취한다. 계수정밀도를 높이기 위해 섬유밀도가 100 - 1300개/mm<sup>2</sup>가 되도록 유량과 채취시간을 조정한다
- ㉠ 먼지가 많지 않고 섬유농도가 0.1개/cc 정도에서는 1 - 4ℓ/분의 유량으로 8시간 동안 시료를 채취하는 것이 좋다. 그러나 먼지가 많은 환경에서는 공기채취량을 보다 적게한다.( < 400 ℓ )
- ㉡ 석면농도가 높고 먼지가 많은 곳에서는 여과지를 여러번 바꿔 연속 시료 채취하는 것이 좋다.
- ㉢ 간헐적으로 폭로되는 경우에는 고유량(7 - 16ℓ/분)으로 짧은 시간동안 채취하는 것이 좋다.
- ㉣ 비교적 깨끗한 대기에서 석면의 농도가 0.1개/cc보다 작으면 정량가능한 양이 채취 되도록 충분한 공기량(3000 - 10000 ℓ)을 채취한다. 그러나 여과지 표면적의 50% 이상이 먼지로 덮이지 않도록 하는데 먼지의 과대채취는 오차를 유발하기 때문이다.
- ㉤ 시료가 손상을 입히지 않도록 알루미늄 호일에 싼채로 용기에 넣어 충전물질을 충분히 채운다음 분석실로 운반한다.(폴리스티렌폼은 정전기 때문에 섬유의 손실을 유발하므로 이를 충전물질로 사용해서는 안된다)

## (나) 시료의 전처리

- ① 슬라이드글라스와 커버글라스를 깨끗이 닦는다.
- ② 아세톤증기화 장치안에 아세톤을 40 - 60 ml를 넣은 후 60 - 70 ℃정도로 가열한다.
- ③ 아세톤 증기화 장치를 서서히 가열하여 아세톤을 끓인다. 이 때 아세톤 증기는 유리관을 통해 나오며 폭발위험이 있으므로 불꽃이 없는 가열판을 사용하도록 하고 반드시 흡후드 내에서 실험을 하도록 한다. 아세톤의 끓는점은 58 ℃이다.
- ④ 여과지의 25% 정도를 수술용 칼로 찢어지지 않도록 구르듯이 잘라 먼지가 있는 면이 위로 가도록 슬라이드글라스 위에 놓는다.
- ⑤ 깨끗이 닦아 놓은 슬라이드글라스위에 절단한 여과지를 분진이 위로 향하도록

올려놓는다.

- ⑥ 슬라이드글라스 위의 여과지를 아세톤 증기가 발생하는 곳에서 약 1 - 2 cm 정도 앞에서 2 - 5초간 증기를 쪼이면 여과지가 투명하게 된다.
- \* 유리관을 통하여 아세톤 증기가 충분히 나오는지 확인하기 위해서는 슬라이드글라스의 여과지가 없는 부위를 대어보면 된다. 2 - 3 cm의 응축반점이 생기면 증기가 충분하므로 여과지를 투명화 시키면 된다. 여과지가 휘어지면 증기가 충분하지 않은 상태이다. 투명화시키는 과정에서 아세톤이 여과지로 떨어지지 않도록 주의하고 유리관 구멍을 주기적으로 닦아준다.
- ⑦ 마이크로 피펫을 사용해서 3 - 3.5  $\mu\text{l}$ 의 트리아세틴을 떨어뜨린다.
- ⑧ 커버글라스를 기포가 생기지 않도록 비스듬하게 여과지 위에 얹는다.
- \* 과량의 트리아세틴이 커버글라스 아래에 있는 여과지 가장자리에 있으면 섬유이 이동이 일어날 수 있다.
- ⑨ 커버글라스의 가장자리를 라카나 메뉴큐어로 칠하여 밀봉한다.
- \* 투명화가 느리게 진행된다면 빨리되도록 50  $^{\circ}\text{C}$  정도의 열판위에서 15분 이상 슬라이드를 가열한다. 이때 기포가 생기지 않도록 주의한다.

##### (5) 분석과정(석면섬유의 계수)

(가) 석면계수자가 삽입된 현미경의 대물대에 투명화 된 시료를 넣고 여과지 표면에 초점을 맞춘다.

(나) 다음 2가지 계수규정 중 하나를 선택해서 400 배율 또는 450 배율에서 계수한다.

###### ① A 규정

- ㉠ 길이가 5  $\mu\text{m}$  보다 크고 길이 대 넓이의 비가 3:1 이상인 섬유만 계수한다.
- ㉡ 섬유가 계수면적 내에 있으면 1개로, 섬유의 한쪽 끝만 있으면 1/2개로 계수한다.
- ㉢ 계수면적 내에 있지 않고 밖에 있거나 계수면적을 통과하는 섬유는 세지 않는다.
- ㉣ 100개의 섬유가 계수되도록 충분한 시야수를 계수한다. 최소한 20개 이상의 시야수를 관찰하고 섬유수에 관계없이 100개 시야에서 중단한다.
- ㉤ 섬유다발뭉치는 각 섬유의 끝단이 뚜렷이 보이지 않으면 1개로 계수한다.
- ㉥ 계수면적의 이동은 여과지의 한 끝에서 수평으로 반대 끝까지 간 다음, 수직으로 약간 움직여 다시 수평으로 이동시키면 된다.

###### ② B 규정(유리섬유 같은 비석면 계수시 적당하다)

- ㉦ 섬유의 끝만을 계수하며 각 섬유의 길이가 5  $\mu\text{m}$  이상이고 직경이 3  $\mu\text{m}$ 보다 작아야 한다.
- ㉧ 길이 대 넓이의 비가 5:1 이상인 것만 계수한다.

- ㉔ 계수면적 내에 있는 각 섬유 끝을 한 개로 계수한다.
- ㉕ 섬유덩어리는 끝의 구분이 가능할 때 최대한 10개의 끝으로 계수할 수 있다.
- ㉖ 200개의 끝이 계수될 때 까지 시야수를 관찰한다. 최소한 20개의 시야를 관찰한다. 100 시야에서 멈춘다.
- ㉗ 섬유가 다른 입자에 붙어 있을 때에는 다른 입자의 크기에 관계없이 구별이 가능한 끝을 계수한다.
- ㉘ 전체 끝의 수를 2로 나눈 값이 섬유수에 해당한다.
- ㉙ 계수면적의 이동은 여과지의 한 끝에서 수평으로 반대 끝까지 간 다음, 수직으로 약간 움직여 다시 수평으로 이동시키면 된다.

\* A 규정이나 B 규정으로 계수시 주의점

- (가) 첫 계수면적을 선정시 렌즈로부터 잠깐 눈을 돌린 후 대물대를 이동시켜 이를 선정한다.
- (나) 섬유 덩어리가 계수면적의 1/6을 차지하면 그 계수 면적은 버리고 다른 것을 선정한다. 버린 계수면적은 총 계수 면적에 포함시키지 않는다.
- (다) 계수면적을 옮길 때 계속해서 미세조정 손잡이로 초점을 맞추면서 여과지에 묻혀 있는 미세한 섬유를 측정한다. 작은 직경의 섬유는 매우 희미하게 보이나 전체 석면 계수에 큰 영향을 미친다.

## (6) 농도계산

(가) 다음 식에 의하여 섬유 밀도를 계산한다.

$$E = \frac{(F/n_f - B/n_b)}{A_f}$$

E : 개/mm<sup>2</sup>

F : 시료의 계수 섬유수(개)

n<sub>f</sub> : 시료의 계수 시야수

B : 공시료의 평균 계수 섬유수(개)

n<sub>b</sub> : 공시료의 계수 시야수

A<sub>f</sub> : 석면계수자 시야면적, 0.00785 mm<sup>2</sup>

(나) 공기중 석면(섬유) 농도



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

위에서 계산한 섬유밀도를 이용하여 다음과 같이 계산한다.

$$C = \frac{(E)(Ac)}{V \cdot 10^3}$$

C : 개/cc

E : 단위 면적당 섬유 밀도

Ac : 여과지의 유효 면적(25 mm 여과지인 경우 385 mm<sup>2</sup>)

V : 시료공기 채취량( $\ell$ )

## (7) 기타분석방법

여과채취 후 전자현미경을 이용하는 방법<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7400. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7402. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

## 4.2 편광현미경법

### (1) 원리 및 구성

편광 현미경은 빛이 한쪽 방향으로 투과하는 편광을 이용하여 투과되는 유기 및 무기물질의 광학적 성질을 이용하여 관찰하는 기기로서 시료인 박편을 사이에 두고 상하부의 편광판을 통해 빛이 투과하면 한 방향으로만 진동하게 되며 2개의 편

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

광 관에 의한 빛의 굴절에 따라 물질특성 및 성분을 구별하는 방법으로 대안렌즈, 상부 편광판, 대물렌즈, 회전 재물대, 수렴 렌즈, 하부 편광판, 조리개, 반사거울 등으로 구성되어 있다.

(2) 주요 용어

- (가) “굴절률(Refractive Index)”이라 함은 물질(시료)에 빛의 투과시 빛의 속도와 진공에서 빛의 속도 비를 말하며 이는 파장과 온도에 따라 변한다.
- (나) “색(Color)”이라 함은 편광현미경 분석에서 섬유나 미립자의 색을 말한다.
- (다) “다색성(Pleochroism)”이라 함은 재물대를 회전시켰을 때 회전각에 따라 나타나는 섬유나 미립자 색의 변화를 말한다.
- (라) “형태(Morphology)”라 함은 섬유나 미립자의 모양, 결정구조, 길이 짧음 등을 말한다.
- (마) “ 갈라짐 또는 방향성(Cleavage)”이라 함은 원자들의 결합이 약해서 일정한 방향으로 쪼개지거나 갈라지는 성질을 말한다.
- (바) “간섭색(Interference color)”일 함은 상광선과 이상광선의 상호작용에 의해서 나타나는 색으로 광물 자체의 색은 아니다.
- (사) “간섭상(Interference figure)”이라 함은 conoscope 장치(Bertrand lense를 넣었을 때)를 했을 때 빛의 간섭이 나타나는 현상으로, 광축의 수량에 따라 일축성과 이축성으로 나눌 수 있고, 각각 결정의 광학적 방향성에 따라 positive(+) 또는 negative(-)의 간섭상으로 나누어진다.

(3) 일반사항

이 시험지침의 원칙을 규정하는데 있어 다음 사항은 고려한다.

- (가) 이 시험법에 규정한 분석방법 또는 동등 이상의 정확도와 정밀도가 있다고 인정될 때에는 그 방법을 사용할 수 있다.
- (나) 이 시험방법에 표시한 사항 중 분석대상 물질, 분석범위, 검출한계, 정밀도 등은 각 조건으로 시험하였을 때 얻을 수 있는 값을 참고하도록 표시한 것이므로 실제로는 그 값이 분석조건에 따라 일부 달라질 수 있다.
- (다) 이 시험방법에 규정하지 않는 사항에 대해서는 일반적인 분석방법에 따르되 이 시험법에 기재한 방법 중 세부조작은 시험의 본질에 영향을 미치지 않는 범위 내에서 시험조건에 따라 일부 변경할 수 있다.

#### (4) 기구

(가) 시료 용기 : 10 ~ 50 ml 용량의 나사마개 있는 플라스틱 용기

(나) 편광현미경 : 100 ~ 400 배율

- ① 대물렌즈 : 배율 10, 20 및 40 또는 이와 동등한 것
- ② 대안렌즈 : 최소 10 배 이상인 것
- ③ Eyepiece reticle : 십자선
- ④ 분산염색 대물렌즈 또는 이와 동등한 것
- ⑤ 보정판 : 약  $550 \pm 20$  nm

(다) 슬라이드 글라스(75 × 25 mm 이상), 커버 글라스

(라) 환기후드 또는 음압 글로브 박스(Glove box)

(마) 입체형 현미경 : 배율 10 ~ 45배

(바) 광원 : 백열광 또는 형광

(사) 핀셋, 바늘, 약손가락, Probes, 외과용 매스(칼)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(아) 투명종이(Glassine paper)나 깨끗한 유리판

(자) 저속 핸드드릴, 막자사발, 기타

(5) 시약

(가) 분산염색을 위한 굴절용 시약(Refractive index, RI liquids)

① 석면 분석을 위한 굴절시약은 1.550, 1.605, 1.604, 1.680, 1.700, 1.615, 1.635, 1.640이 있다.

② 또한 필요에 따라 다른 섬유와 비교 정성분석하기 위해서는 아래와 같은 굴절용 시약이 사용될 수 있다.

1.460, 1.500, 1.532, 1.540, 1.544, 1.550, 1.556, 1.572, 1.588, 1.604, 1.605, 1.608, 1.612, 1.615, 1.616, 1.620, 1.630, 1.635, 1.636, 1.640, 1.660, 1.662, 1.670, 1.700, 1.705, 1.680

(나) 석면 표준 시료

(다) 염산, 아세톤, 증류수 등

(6) 채취 및 처리

(가) 시료의 분취

① 시료 용기에 분석할 시료를 1 ~ 10 g 또는 2 ~ 5 cm<sup>3</sup> 정도 분취하여 담는다.

② 시료가 분취된 시료 용기를 다른 장소로 운반할 경우에는 용기 뚜껑을 닫고 테이프 등을 이용 밀봉한다.

③ 시료용기가 파손되거나 틈이 있어 시료의 외부노출을 방지하기 위하여 밀봉 포장 하고, 시료용기는 되도록 단단한 것을 사용하며 파손에 주의한다.

## (나) 시료의 전처리

- ① 채취 시료는 환기 후드 내에서 비산되지 않도록 주의하여 잘 건조시키고, 균등한 시료가 될 수 있도록 혼합한다.
- ② 후드 내에서 입체현미경(10 ~ 45 배)을 통하여 시료의 표면 또는 내부에서 관찰되는 섬유를 검사한다. 필요한 경우 외과 의술용 칼, 핀셋, 집게, 니퍼, 막자와 막자사발등을 이용하여 시료를 절단하거나 부수어서 관찰한다. 이때, 시료의 균질 여부, 섬유물질의 존재여부, 섬유의 색, 형태, 비산의 여부를 판단한다.
- ③ 후드 내에서 입체현미경을 통하여 관찰된 섬유를 굴절용액으로 전처리한다.
  - ㉠ 뚜렷한 분리 층이 있으면 각층을 분리하여 섬유를 관찰하고 전처리 한다.
  - ㉡ 얇은 비분리 층을 가진 단단한 타일은 대표성 있는 시료를 얻기 위해 모든 층을 관통하여 자른다.
  - ㉢ 시료가 단단하여 절단이 불가능하면 단면을 확인할 수 없고, 비 균등 질이면 입체현미경상으로 섬유를 관찰하기가 어렵다. 이때, 핀셋, 가위, 집게, 막자와 막자사발등을 이용하여 시료를 부수고 갈아서 골고루 섞은 후 관찰되는 섬유를 중심으로 각 형태의 물질시료 일정량을 취하여 전처리한다. 시료를 분쇄할 때, 섬유의 특성이 파괴되지 않도록 주의 한다.
  - ㉣ 필요시 후드 내에서 적절한 용제로 시료 속에 결합체나 타르 등 방해물질을 제거하기 위해 시료의 일부를 산 처리 하거나, 석면입자의 변형이 이루어지지 않는 적당한 온도에서 시료를 태운다. 이 과정에 제거된 비석면 물질은 석면 함유량 결정시 보정을 해주어야 한다.
- ④ 슬라이드 위에 굴절용액 1 ~ 3 방울을 떨어뜨린 후, 섬유 또는 균등질로 만든 시료의 일정량을 슬라이드 위 굴절용액에 담금질하여 바늘, 핀셋 등으로 섬유 또는 시료를 적절히 분리하고, 깨고, 이동시켜 슬라이드 위에 고르고 평평하게 배치시킨다.
- ⑤ 굴절용액에 완전하게 담금질된 슬라이드 위에 커버 슬라이드로 덮고, 사이에 공기 공간이 있다면 커버 슬라이드를 핀셋 등으로 살짝 눌러주어 이를 제거한다.

- ⑥ 석면분석 전처리는 시료가 너무 적어 함유량 결정에 지장을 주거나 너무 많은 시료가 전처리되어 석면의 정성 분석시 간섭현상이 일어나지 않도록 해야한다.

(7) 검량과 정도관리

- (가) 석면분석 전 사용되는 분석기구, 분석 장비에 대한 오염여부를 항상 점검한다. 슬라이드와 커버글라스를 렌즈티슈로 닦고, 굴절시약을 점검하고, 핀셋, 막자, 막자사발, 집게 등의 석면 오염을 확인하여 분석일지에 그 결과를 기록한다.
- (나) 석면분석에 사용되는 굴절용액의 굴절률은 별도의 분석일지에 기록한다.
- (다) 제조회사의 설명서를 참고하여 광원의 밝기, 집광장치, 배율 등을 조정하여 전처리된 시료를 분석한다.
- (라) <그림 1>과 비교하여 확인된 각 석면 종류에 따른 함유량을 결정한다. 만일, 균 등질로 전처리된 시료에서 석면섬유가 검출되지 않았다면, 최소 2개의 전처리 시료를 추가로 만들어 재분석한 후 입자가 검출되지 않는다면 석면이 없는 것으로 판정한다.
- (마) 시료의 전처리과정이 균등질의 시료로 만들 수 없거나 대표성이 있는 시료를 분취하여 전처리를 못할 경우에는, 서로 다른 분석자에 의해 시료를 전처리하고, 각각 분석하여 그 결과를 평균한다. 만일 두 결과차가 많으면 두 분석자는 전처리시료를 추가로 더 만들어 분석하고, 그들의 모든 시료의 분석 결과를 평균한다. 또한 신뢰도를 높이기 위해 전체 시료수의 10 %에 해당 하는 시료를 두 분석자에 의해 비교하는 정도관리를 하는 방법도 있다.
- (바) 분석결과의 신뢰도를 높이기 위해 분석자는 석면의 종류와 함유량을 알고 있는 표준시료의 약 5 %를 분석하여 정도관리를 해야 한다.
- (사) 이 방법으로 수행하는 실험실 또는 시험분석자는 외부의 관련 시험기관이나 실험실간 정도관리 프로그램에 참여하는 등 분석결과의 신뢰도를 높여야 한다.

(아) 시험분석자 석면분석과 관련 된 학습 및 훈련을 통하여 편광현미경을 이용한 석면분석시험의 기술을 축적하고 분석 결과의 신뢰도 향상에 노력해야 한다.

(8) 정성분석

(가) 석면의 정성 분석은 시험물질의 형태, 굴절률, 다색성, 색깔, 복굴절, 소광특성, 신장을 부호, 분산염색의 특성 등 섬유나 광물의 광학적 특성을 분석하여 석면의 정성분석이 이루어진다.

(나) 시료를 1.550 HD의 굴절용액으로 전처리하고 편광기(Polarizer)를 조작하여 개방니콜 또는 직교니콜상태로 반복하며 시료를 확인하고 재물대를 회전하며 섬유형태를 면밀히 관찰한다. 만일 석면의 특성과 유사한 섬유가 발견되지 않는다면 석면이 없는 것으로 판단한다.

(다) 섬유가 발견되면, 편광기를 조작하여 직교니콜상태로 하여 섬유의 특성이 등방성(Isotropic)인지 이방성(Anisotropic)인지를 확인 한다. 만일 모든 섬유가 등방성이고 추가되는 전처리 시료에서도 등방성이라면 석면이 없는 것으로 판정한다.

(라) 섬유가 이방성이면 재물대를 회전시켜 소광각(Angle of extinction)을 결정하여 분석하고 <표 1>을 참조하여 판정한다.

(마) 현미경에 붉은 보정기판을 삽입한 다음 신장을 부호를 결정하며 청석면(Crocidolite)을 제외한 모든 종류의 석면섬유는 양의 부호를 갖는다. 음의 부호를 가진 경우는 (8)(아)의 단계로 가서 분석한다.

※ 참고 : 신장을 부호란 편광 현미경의 직교니콜상태에서 붉은 보정기판을 삽입했을 경우 섬유 또는 입자의 색상이 변하는데 청색과 오렌지색이 대칭을 가리키고 있다면 양의 신장을 부호를 의미한다.(백석면은 양의 신장을 부호를 갖는다.)

(바) 보정기판을 제거하고, 편광필터의 교차를 풀어 평면 편광하에서 섬유-오일의 경

계선에서 청색과 황갈색의 교차색을 검사한다. 백석면(Chrysotile)의 특징인 꼬임과 굴곡을 가진 다발 모양 등 섬유 형태를 검사한다. 단, 꼬임이 있되 리본 모양의 형태를 가진 섬유는 셀룰로오스 섬유일 수 있다(<그림 1>, <그림 2> 참고). 이때는 섬유의 굴절률이 정확히 1.550 인지를 보기 위해 편광을 부분적으로 교차시켜 볼 필요가 있으며 만약 섬유가 더 높은 굴절률을 갖는 것으로 보이면 (8)(차)의 단계방법으로 분석하고 그렇지 않으면 다음단계로 계속한다.

- (사) 백석면을 확인하기 위해 분산 염색 확인을 위한 대물렌즈를 끼우고 청색과 담청색을 관찰한다. 셀룰로오스 섬유는 1.550 굴절시약에서 일반적으로 백석면 분석에 방해되거나 혼동되는 섬유이지만, 백석면의 분산염색을 나타내지 않는다. 만약 백석면이 발견되면 다음은 (9)의 정량평가 (가)단계의 분석방법에 따른다.
- (아) 청석면을 확인하기 위해 슬라이드에 1.680 또는 1.700 RI액을 준비한다. 개방니콜하에서 청석면의 형태를 조사한다. 그 형태는 곧고, 강직한 모양으로 갈석면과 비슷하다. 또한 다색성의 경우 각도에 따라 파란색과 회색빛을 띤다. 분산염색은 1.700의 굴절용액에서는 붉은 담색(또는 청색)과 담청색(또는 청색)을 보인다. 만약 청석면이 발견되면 다음은 (9)의 정량평가 (가)단계의 분석방법에 따른다.
- (자) 갈석면을 확인하기 위해 1.680 RI액을 준비하여 갈석면의 특징적인 형태를 점검한다: 갈석면은 곧은 섬유와 빗자루 같은 섬유다발이거나 끝이 벌어진 모양이며 분산염색은 황금색(또는 노란색)과 청색이다. 이 검사로 갈석면이 확인되면 다음은 (9)의 정량평가 (가)단계의 분석방법에 따른다.
- (차) 직섬석-투각섬석-양기석을 확인하기 위해 1.605 HD RI 액을 준비하고 직섬석-투각섬석-양기석의 형태를 확인한다. 이 섬유들의 굴절률은 같은 종 내에서도 다르며, 직섬석은 거의 평행소광을 보이며, 이 특성을 이용해 투각섬석과 양기석의 구별이 가능하다. 양기석은 평면 편광 하에서 밝은-어두운 녹색으로 약간의 다색성을 보인다. 세 섬유 모두 곧으며 결정이 파손되는 수도 있다. 중심부 차폐슬릿의 분산염색의 대물렌즈를 이용하여 조사할 경우 직섬석은 청색과 황금색/붉은 황금색, 투각섬석은 연한청색과 노란색, 양기석은 붉은색과 황금-노란색을 보인다. 단, 규회석은 직섬석과 거의 비슷한 성질을 가지고 있어 분석시 주의해야 한다.



(카) 규회석과 직섬석과의 비교를 위해서 시료를 굴절용액 전처리가 아닌 진한 염산으로 전처리하고 커버슬라이드를 덮고, 전열기 위에서 따뜻하게 하여 건조시킨다. 모세관 현상을 이용하여, 커버글라스 밑에 1.620 RI 액을 넣고 편광현미경으로 분석을 하면, 규회석은 “음영교차(Cross-hatched)” 형태를 띠고 분산염색을 보이지 않는 반면 투각섬석과 직섬석은 분산염색을 나타낸다.

#### (9) 정량평가

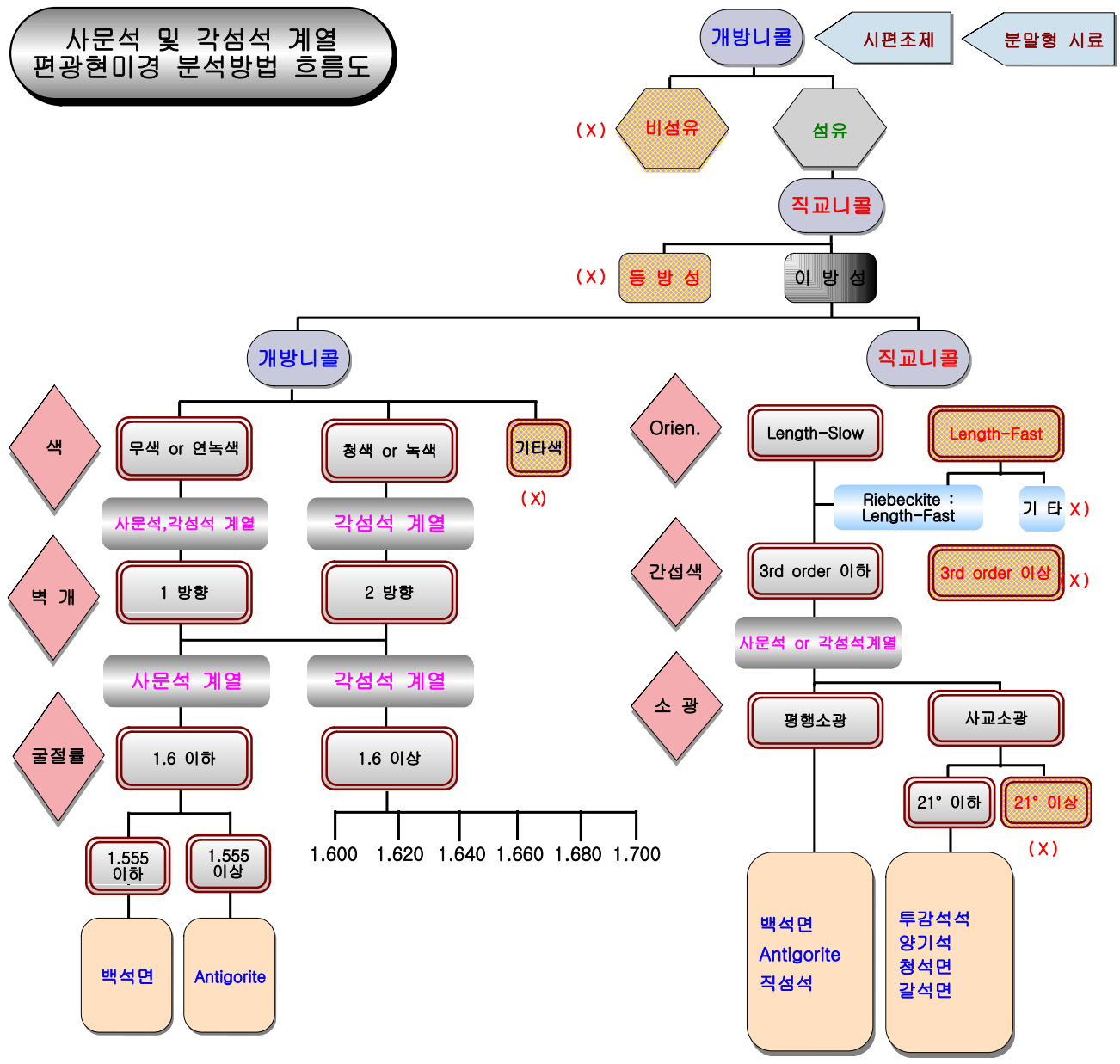
(가) 1.550 RI 용액을 이용하여 시료 중 존재하는 석면의 함량을 평가한다. <그림 1>, <그림 2>를 이용하여 슬라이드 위에 존재하는 모든 물질의 면적 %로 계산한다. 단, 성분이 확인되지 않은 섬유가 있으면 (8)(바) 정성분석방법 단계로 가서 물질을 정성분석 한 후 정량분석을 계속한다.

※ 참고 : 이 분석방법 외에도 아래 참고문헌의 EPA에서 사용하는 분석방법도 있으며 이는 물질시료중의 석면량을 측정하기 위해 EPA에 의해 권고된 방법이다.

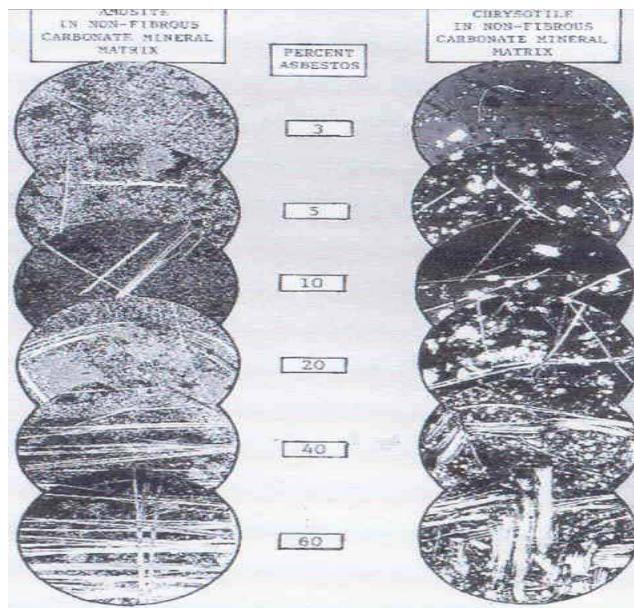
참고문헌; Perkins RL, Harvey BW, U.S. Environmental Protection Agency. Test Method for the Determination of Asbestos Asbestos in Bulk Building Materials. EPA/6100/R-93/116 (1993).

(나) 육안 검사와 현미경 검사로부터 시료 중 석면섬유의 종류와 함량을 결정하고 석면함량이 1 % 이상 검출되면 이 시료는 석면 함유물질로 판정한다.

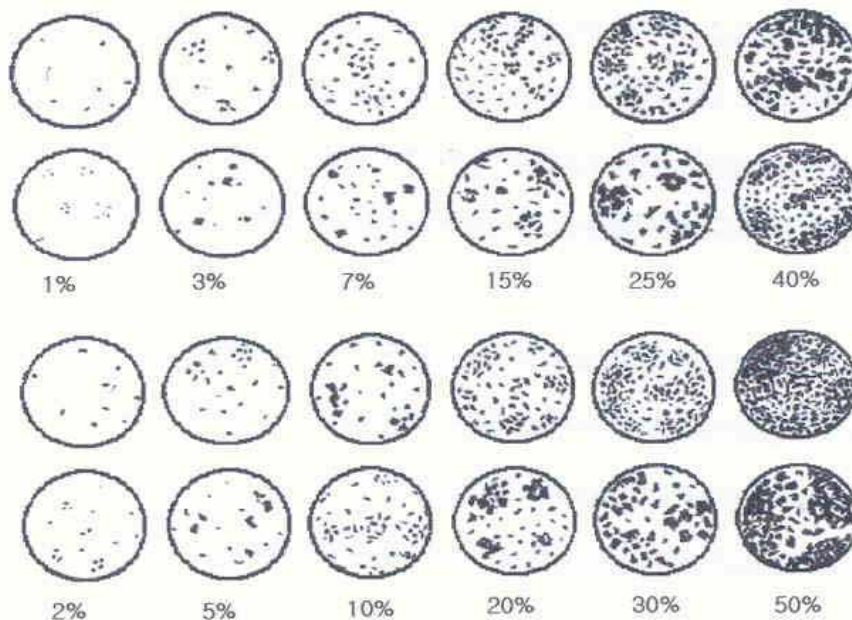
사문석 및 각섬석 계열  
편광현미경 분석방법 흐름도



<그림 1> 편광현미경을 이용한 석면분석 흐름도



<그림 2> 검경에 의한 함유율(퍼센트) 측정



<그림 3> 검경에 의한 시각적 함유율(퍼센트) 평가

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

<표 1> 석면의 종류 및 특성

석면의 종류	형태와 색상	굴절률(근사값)		복 굴절율
		신장율 (상한)	신장율 (하한)	
백석면 (Chrysotile)	꼬인 물결 모양의 섬유. 다발의 끝은 분산. 가열되면 무색-밝은 갈색. 다색성이 아니며 종횡비는 전형적으로 10:1이상임.	1.54	1.55	0.002-0.014
갈석면 (Amosite)	곧은 섬유와 섬유 다발. 다발 끝은 빗자루-같거나 분산된 모양. 가열되면 무색~갈색. 약한 다색성. 종횡비 전형적으로 10:1이상	1.67	1.70	0.02-0.03
청석면 (Crocidolite)	곧은 섬유와 섬유 다발. 긴섬유는 만곡. 다발 끝은 분산된 모양. 특징적인 청색. 다색성, 종횡비 전형적으로 10:1이상	1.71	1.70	0.014-0.016
직섬석 (Anthophyllite)	곧은 섬유와 섬유 다발. 절단된 파편 존재. 무색~밝은 갈색, 비다색성 내지 약한 다색성, 종횡비는 일반적으로 10:1이하	1.61	1.63	0.019-0.024
투각섬석 (Tremolite)	곧고 흰 섬유. 절단된 파편이 일반적, 큰 섬유 다발 끝은 분산된 모양. tremolite는 무색. actinolite는 녹색~약한 다색성. 종횡비는 일반적으로 10:1이하	1.60-1.62	1.62-1.64	0.02-0.03
양기석 (Actinolite)		1.62-1.67	1.64-1.68	

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

<표 1> 석면의 종류 및 특성(앞면 계속)

석면의 종류	소광특성	신장율 부호	중심부 차폐 슬릿의 분산염색		
			RI 용액	색 상	
백석면 (Chrysotile)	섬유길이에 평행	+	1.550 <sup>HD</sup>	청색	담청색
갈석면 (Amosite)	섬유길이에 평행	+	1.670 고온의 섬유는 분 산 염색되지 않음.	적색 담청색	노란색
			1.680	연한청색	청색
			1.680	청색	황금색
청석면 (Riebeckite)	섬유길이에 평행	-	1.700	담적색	담청색
			1.680	노란색	연한 노란색
직섬석 (Anthophyllite)	섬유길이에 평행	+	1.605 <sup>HD</sup>	청색	황금색
			1.620 <sup>HD</sup>	청녹색	황금-노란색
투각섬석 (Tremolite)	파편은 사소광 (10-20°)	+	1.605 <sup>H</sup>	연한청색	노란색
양기석 (Actinolite)	혼합섬유는 직 간소광을 보이 기도 함.		1.605 <sup>HD</sup>	노란색	연한노란색
HD=높은 분산, RI 액체의 시리즈.					

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-023
---------

## 수 은

1. 물질명 : 수은(Mercury)

2. 물리·화학적 특성

구 분	수 은
화학식	Hg
CAS No.	7439-97-6
분자량	200.59
비중( 20 ℃)	13.55
끓는점(℃)	356
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.0012

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
알킬수은	TWA	-	0.01	-	0.01	-	0.01
	STEL/Ceiling(C)	-	0.03	-	0.03	-	0.04(C)
수은(무기수은)	TWA	-	0.1	-	0.025(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	0.1(C)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 포 집	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : Solid sorbent tube (Hopcalite in single section, 200 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.15 - 0.25 ℓ/min (4) 시료채취 총량 최소 : 2 ℓ (at 0.5 mg/m <sup>3</sup> ) 최대 : 100 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 30일 4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 원자 흡광광도를 이용하여 분석 (2) 기기 : AAS-cold vapor  2. 전처리 : 농질산 과 염산을 순차적으로 2.5 ml를 넣고 1 시간정도 방치  3. 검량선 : 0.01 - 0.5 μg/ aliquot  4. 회수율 : 0.99  5. 정 도 (1)범 위 : 0.1 - 1.2 μg/시료 (2)정밀도 : 0.042(at 0.9 -3μg /시료)  6. 검출한계 : 0.03 μg/시료

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브에 채취하여 전처리 용액으로 추출시켜 시료용액을 제조한 후 AAS-cold vapor System를 이용하여 정량 한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브(Hopcalite in single section, 200mg : eg. SKC Cat. No. 226-17-1A)
- (나). 개인시료 채취용 펌프 : 0.15 - 0.25 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) AAS-Cold vapor generation system
- (라). 용량플라스크 : 500, 100 ml
- (마) 피펫
- (바) 마이크로 피펫 10 - 1000  $\mu$ l
- (사) BOD 병 : 300 ml

### (3) 시약

- (가) 증류수
- (나) 질산
- (다) 염산
- (라) Mercury oxide : 시약등급, 건조된 것
- (마) 표준원액,  $Hg^{2+}$  : 1000  $\mu$ g/ml 건조된 Mercuric oxide(HgO) 0.0789 g을 1:1(v/v) Hcl/water 용액 50ml에 넣어 녹인 후 증류수를 넣어 1 l가 되게 한다.(상품화된 것 구입 가능함)
- (바) 중간 표준용액(intermediate standard) : 1  $\mu$ g/ml 표준원액 0.1 ml를 취해 증류수 10 ml가 들어있는 100 ml 용량 플라스크에 넣은 후 염산 1 ml를 넣는다. 증류수를 넣어 100 ml가 되게 한다.
- (사) Stannous chloride( $SnCl_2$ , 10%, 시약등급) 또는 Boric acid Stannous chloride 20 g을 100 ml 염산에 녹인다. 이 용액을 100 ml 증류수에 천천히 넣으면서 잘 혼합시킨다.  
(사용시 매일조제)
- (아) 질산, 1%(w/v) : 질산 14 ml에 증류수를 가하여 1 l가 되게 한다.
- (자) 아르곤 가스

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.15 - 0.25 l/분에서 정확한 유량으로 2 - 100 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리



- ① 흡착튜브의 흡착제를 50 ml 용량플라스크에 넣는다.
- ② 질산 2.5.0 ml를 넣고 다음에 염산 2.5 ml를 넣는다.(순서에 주의)
- ③ 검은 흡착제가 녹을 때까지 1시간 정도 방치한다.(검은 갈색용액으로 변함)
- ④ 증류수를 가하여 50 ml가 되게 한다.(blue -blue green색을 띠)
- ⑤ 위 용액 20 ml를 취하여 80 ml 증류수가 들어있는 BOD병에 넣는다.(BOD병에 주입시 피펫팁의 위치는 BOD병의 물 표면 아래에 위치해야함- 시료 이동과정 중의 수은 손실방지)

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 0.5  $\mu\text{g}/\text{aliquot}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.(시료 100 ml 중에 1%의 질산이 포함 되도록 해야함.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞층에 주입한다.
- ㉡ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉢ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉣ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

### (나) 분석

AAS-Cold vapor system 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

#### \* 기기 조건

- 파장 : 253.7nm

\* 기기 제작회사마다 cold vapor system의 작동원리가 차이가 있을 수 있으므로 제조회사가 권고하는 대로 시료 전처리 용액을 분석하면 된다.

## (6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W * A - B)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 분석시료중의 수은 양 (μg)

A : 회석배수(최초 시료부피/최초 시료중 분석에 사용된 시료부피)

B : 공시료 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6009. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-024
---------

## 시안화합물

1. 물질명 : 시안화수소(Hydrogen cyanide), 시안화나트륨(Sodium cyanide), 시안화칼륨(Potassium cyanide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	시안화수소	시안화나트륨	시안화칼륨
화학식	HCN	NaCN	KCN
CAS No.	74-90-8	143-33-9	151-50-8
분자량	27.03	49.01	65.11
비중(20 ℃)	0.699(22 ℃)	1.61	1.52(16 ℃)
끓는점(℃)	26	1496	1625
증기압(mmHg, 20 ℃)	620	1(817 ℃)	< 0.1

### 3. 노출기준 :

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
시안화수소	TWA	-	-	-	-	10	11
	STEL/Ceiling(C)	10(C)	11(C)	4.7(C)	5(C)	-	-
시안화나트륨	TWA	-	5	-	-	-	5
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	5(C)	-	-
시안화칼륨	TWA	-	5	-	-	-	5
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	5(C)	-	-

\* NaCN, KCN 노출기준 경우 CN<sup>-</sup> 농도로 평가

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 이온전극법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취+액체채취 (2) 기구 및 채취제 : Filter + Bubbler (0.8 μm PVC membrane + 15 ml 0.1 N KOH) (3) 시료채취 유량: 0.5 - 1 ℓ/min (4) 총량: 최소- 10 ℓ at 0.5 mg/m <sup>3</sup> (as CN <sup>-</sup> ) 최대- 180 ℓ at 11 mg/m <sup>3</sup> (as CN <sup>-</sup> )  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 시료채취 후 5일 이내 분석해야 함  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 이온전극을 이용하여 분석 (2) 기기 : 이온검출기  2. 탈착 (1) 방법 : 0.1 N KOH 25 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율: > 92%  3. 검량선 : 시료당 50 - 2000 μg 정도  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.05 - 2 mg/m <sup>3</sup> (2) 정 밀 도 : 0.038 - 0.043  5. 검출한계 : 2.5 μg CN <sup>-</sup>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터와 버블러가 직렬로 연결된 채취기를 통과시킨 후 탈착시켜 이온전극을 이용하여 정량 한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : PVC filter, 37-mm(diameter), 0.8μm(pore size) 인 2단 카세트홀더, 0.1 N KOH 15 ml가 들어있는 미드젯 버블러
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) 바이엘 : 20 ml, 밀봉을 위한 플라스틱 테이프
- (라) 시안이온전극

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (마) 레퍼런스 전극(Reference electrode)
- (바) pH 미터 : 0.1 mV 까지 판독이 가능한 것
- (사) 자석 교반기(magnetic stirrer)
- (아) 병(jar) : 60 ml, 스크류마개가 있는 것
- (자) 피펫
- (차) 용량플라스크 : 25 ml
- (차) 비이커 : 50 ml
- (카) 화학정밀저울 : 0.1 mg까지 해독할 수 있는 것

### (3) 시약

- (가) 탈이온수(Deionized water)
- (나) 시안화칼륨(Potassium cyanide)
- (다) 표준원액, 1000  $\mu\text{g/ml}$   $\text{CN}^-$  : KCN 0.250 g을 정확히 달아 0.1 N KOH 용액을 첨가하여 100 ml가 되게 한다. 한번 제조한 표준원액은 폴리에틸렌 병에 보관시 1주일 정도는 안정함.
- (라) 수산화칼륨(KOH), 0.1 N : KOH 5.6 g을 정확하게 달아 증류수에 녹여 1000 ml가 되게 한다.
- (마) 초산납 종이(Lead acetate paper)
- (바) 탄산카드뮴( Cadmium carbonate) : 시료 중에 황화물 존재시 필요
- (사) 과산화수소(Hydrogen peroxide, 30%) : 시료 중에 황화물 존재시 필요
- (아) 아황산나트륨(Sodium sulfite, 1M) : 시료 중에 황화물 존재시 필요
- (자) 수산화칼륨(KOH)

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 pvc 필터가 장착된 카세트홀더와 버블러를 유연성튜브를 이용하여 연결시키고, 이 버블러와 펌프를 다시 유연성튜브를 이용하여 연결한다.
  - ③ 0.5 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 10 - 180 l 정도 되도록 한다.
    - \* 시료채취시 버블러는 수직방향을 유지해야 하며, 버블러 내의 용액량이 10 ml 이하로 줄지 않게 해야 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 0.1 N KOH용액 1 - 2 ml로 버블러 내벽을 행군 후 정량적으로 20 ml 바이엘에 옮긴다. 수산화칼륨 1 - 2 조각을 바이엘에 넣어 pH가 13 - 14

정도가 되게 한 후 마개를 막고 플라스틱 테이프로 완전 밀봉한 다음 각각의 바이엘에 라벨링을 한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 카세트홀더로부터 필터를 꺼낸 후 60 ml 병(jar)에 넣는다.
- ② 각 병(jar)에 0.1 N KOH을 25.0 ml씩 넣고 마개를 막은 후 30분정도 가끔 흔들면서 추출한다. 추출이 끝난 후 2시간 이내에 분석이 완료되어야 한다.
- ③ 바이엘에 들어있는 용액을 25 ml 용량플라스크에 정량적으로 옮기고 0.1 N KOH 용액을 사용하여 바이엘 내부를 헹군 다음 용량 플라스크로 옮긴다. 0.1 N KOH 용액으로 용량플라스크의 눈금을 맞춘다.

\* 주의: 황화물 이온은 시안이온 전극에 비가역적인 악영향을 초래하므로 분석하고자 하는 용액에 황화물이온이 존재하는 반드시 제거 하여야 한다. 시료를 초산 납종이에 떨어뜨려 색깔이 변색되면 시료 중에 황화물이 있다는 것이므로 다음과정을 거쳐 황화물을 제거하는 것이 필요하다.

- ㉠ 시료용액을 원하는 부피까지 희석하기 전에 1 M  $H_2O_2$  1 ml와 1 M  $Na_2SO_3$  1ml을 시료용액에 첨가한다.
- ㉡ 탄산카드뮴(Cadmium carbonate) 가루를 소량 시료에 첨가하여 용액에 완전히 퍼지게 한 후 초산납종이로 다시 체크해 본다. 만약 황화물이 존재한다면 다시 탄산카드뮴 가루를 첨가하여 다시 체크해본다.(한꺼번에 과량의 탄산카드뮴 가루를 첨가하지 않도록 한다. 체크결과 황화물이 더이상 존재하지 않으면 시료용액을 유리면(glass wool) 마개가 있는 파스테르 피펫(Pasteur pipette)으로 여과시켜 분석에 사용한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도( 시료당 50 - 2000  $\mu g$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다. 표준원액(1000  $\mu g/ml$ ) 0.05 - 2.0 ml를 25 ml 용량플라스크에 넣고 0.1 N KOH 용액으로 눈금을 맞춘다.
- ② 나. 분석항의 1), 2)의 방법대로 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 검량선 작성시 한축은 시안농도로 대수눈금이고 한축은 전압(mV)으로 일반눈금인 종이에 검량선을 작성한다.

#### (나) 분석

- ① 시료용액을 50 ml 비이커에 옮기고 시안이온전극과 레퍼런스전극을 담근 다음

자석교반기로 교반시킨다.

② 교반을 계속시키면서 전압값이 안정할 때의 수치를 측정 전압값으로 한다.

\* 시안이온전극은 불용성 은염을 형성하는 염소, 요오드, 브롬등의 이온과 카드뮴, 아연, 은, 니켈, 수은등의 금속이온이 존재시 분석에 방해받기 때문에 장비 제조회사의 지침서를 참고하여 방해받지 않도록 조치를 해야한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C_p = \frac{(W_f - B_f)}{V} \quad C_{HCN} = \frac{(W_b - B_b) * 1.04}{V}$$

$C_p$  : 입자상 시안의 농도( $mg/m^3$ )

$C_{HCN}$  : 시안화수소의 농도( $mg/m^3$ )

$W_f$  : 시료 필터에 존재하는 시안이온 양( $\mu g$ )

$B_f$  : 공시료 필터에 존재하는 시안이온 양( $\mu g$ )

$V$  : 채취 공기량( $\ell$ )

## (7) 기타분석방법

(가) 시안화수소 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

(나) 시안화나트륨 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>3)</sup>

(다) 시안화칼륨 : 액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>4)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7904. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 122
3. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 187
4. 유해물질측정을 위한 공정시험방법에 관한 연구, 산업보건연구원, 1991, p 191

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-025
---------

## 아크릴로니트릴

1. 물질명 : 아크릴로니트릴(Acrylonitrile)

2. 물리·화학적 특성

구 분	아크릴로니트릴
화학식	CH <sub>2</sub> CHCN
CAS No.	107-13-1
분자량	53.06
비중(20℃)	0.806
끓는점(℃)	77.2
증기압(mmHg, 20 ℃)	83

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	2(A2)	4.5(A2)	2(A3)	4.3(A3)	2 Ca	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	C10 Ca	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1045)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 08; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 l/min (4) 총량 : 최소 - 3.5 l (at 2 ppm) 최대 - 20 l  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 최소 1주일(at 25℃)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 1 ml 2%(v/v)acetone/CS <sub>2</sub> 를 넣고 30 분간 방치 (2) 효율: 0.94  3. 검량선 : 1 - 1000 µg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 15 - 1000 µg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.06 (at 16 µg/시료)  5. 검출한계 : 1 µg/시료  6. 적용 : 0.7 - 46 ppm( 10 l 공기채취시)  7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 2%(v/v)acetone/CS<sub>2</sub>로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg )

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : 3 m x 3-mm stainless steel, 20% SP-1000 on 80/100 mesh Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 2%(v/v) 아세톤/이황화탄소, 크로마토그래피 등급용
- (나) 아세톤 : 크로마토그래피 등급용
- (다) 헥산(Hexane) : 시약등급
- (라) 아크릴로니트릴 : 4 ℃에서 약 한 달간 안정, 새로 증류한 것으로 안정화된 것을 사용해야 하며 취급시 발암성 추정물질이므로 후드 내에서 작업하는 등 주의 필요함.
- (마) 표준원액(4 μg/μℓ) : 새로 증류한 아크릴로니트릴 50 μℓ를 헥산 10 ml에 넣는다.  
(4℃에서 1주일간 안정함)
- (바) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (사) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (아) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 ℓ/분에서 정확한 유량으로 3.5 - 20 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 1000  $\mu\text{g}$ /시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 2  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 200  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 85  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

(7) 기타분석방법

액체 채취하여 흡광광도법을 이용하는 방법.<sup>3)</sup>

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1604. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.165

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-026
---------

## 아크릴아미드

1. 물질명 : 아크릴아미드(Acryl amide), 2-프로펜아미드(2-Propeneamide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	아크릴아미드
화학식	CH <sub>2</sub> =CHCONH <sub>2</sub>
CAS No.	79-06-1
분자량	21.08
비중(30 °C)	1.122
끓는점(°C)	125
증기압(mmHg, 20 °C)	0.007

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.03(A2)	-	0.03(A3)	-	0.3
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 여과채취 + 고체채취  (2) 기구 및 채취제 : 유리섬유 여과지, 실리카겔관(Glass fiber filter, 13 mm, Silica gel tube, 150 mg/75 mg)  (3) 시료채취 유량 : &lt; 1 ℓ/min  (4) 총량 : 120 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 최소한 15일 정도 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC로 분리 후 NPD로 검출  (2) 기기 : GC-NPD</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : Methanol로 탈착  (2) 효율: 필터-1.00, 실리카겔 관-0.977</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 17.6 - 70.4 μg/ml  (2) 정 밀 도 : 0.0312</p> <p>5. 검출한계 : 3.8 μg/m<sup>3</sup></p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터와 실리카겔 관이 연결된 시료채취기를 통과 시켜 시료를 채취한 후 메탄올로 탈착시켜 GC에 주입하여 NPD로 검출 정량 한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : glass fiber filter(13 mm), 카세트 홀더, 실리카겔 관(150 mg/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) GC - NPD
- (라) Column : 3 m x 2-mm glass, 10% Carbowax 20M/2% KOH on 80/100 Chromosorb WAW
- (마) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (바) 초자기구등

### (3) 시약

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 메탄올 : 시약등급
- (나) 아크릴 아미드 : 시약등급
- (다) 표준원액 : 아크릴아미드를 일정량을 정확히 달아 메탄올에 녹여 만든다.
- (라) 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 필터, 실리카겔 관 순으로 유연성 튜브를 이용하여 연결하고 이를 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 1ℓ/분 이하에서 정확한 유량으로 시료를 120 ℓ 정도 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 카세트홀더에 있는 필터와 o-ring 가스켓을 1 ml의 메탄올이 들어있는 바이엘에 넣고 마개를 한 후 운반하며 실리카겔 관은 플라스틱 마개로 막아 운반한다.

##### (나) 시료의 전처리

- ① 실리카겔 관의 앞 층과 유리면 마개를 같은 바이엘에 넣고 뒤 층의 실리카겔은 다른 바이엘에 담는다. 이때 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각각에 1.0 ml의 메탄올을 가한 후 가끔 흔들면서 20분 이상 방치한다.
- ③ 필터등에 메탄올을 첨가한 바이엘을 시료로 사용한다.

#### (5) 분석과정

##### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 분석대상물질 실리카겔 관에 직접 주입한 후 마개로 막고 냉장고에 하룻밤정도

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

정도 방치한 후 분석을 실시하며, 필터의 경우 필터에 직접 일정량을 주입한 후 바로 메탄올로 탈착 시켜 분석을 실시한다.

- ㉞ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉟ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 2  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 230 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 200  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 160  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.



KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_s) - B}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )  
W<sub>f</sub> : 필터에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )  
W<sub>s</sub> : 실리카겔에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )  
B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )  
V : 채취 공기량( $\ell$ )  
DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 실리카겔 관의 뒤 층의 농도가 앞 층 보다 10% 이상이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 21. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-027
---------

## 알콜 1

1. 물질명 : 이소프로필알콜(Isopropyl alcohol)
2. 화학식 및 분자량 :  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ , 60.09
3. CAS No. : 67-63-0
4. 성상 및 성질 : - 무색의 방향성 액체  
 - 비중 : 0.785, 끓는점 : 82.5℃, 증기압 : 40 mmHg(24℃)

### 5. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
이소프로필알콜	TWA	400	980	200(A4)	492(A4)	400	980
	STEL/Ceiling(C)	500	1225	400(A4)	984(A4)	-	-

### 6. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 08; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 0.3 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 3 ℓ</p> <p>2. 운반 : 냉장운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1% 2- butanol이 함유된 CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.93(Sr 0.033)</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 ℓ 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 1 - 5 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.033</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p>

**(1)원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 1% 2- butanol이 함유된 CS<sub>2</sub>로 탈착 시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 4-mm ID, 0.2% Carbowax 1500 on 60/80 Carbowax C 또는 이와 동등 이상의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 1%(v/v) 2-butanol을 포함한 CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석 등급이어야 함
- (나) 내부표준물질: 0.2% v/v n-undecane, 0.1% v/v ethyl benzene 또는 분석하고자 하는 물질 종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 0.3 - 3 ℓ 정도 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 냉장 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

## (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온 도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C  
칼 럼 (Column) : 65 - 70  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1400. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-028

## 알콜 2

1. 물질명 : 1- 부탄올(1-Butanol), 2-부탄올(2-Butanol), 이소부틸알콜(Isobutyl alcohol)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	1- 부탄올	2-부탄올	이소부틸알콜
화학식	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	CH <sub>3</sub> CH(OH)CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHCH <sub>2</sub> OH
CAS No.	71-36-3	78-92-2	78-83-1
분자량	74.12	74.12	74.12
비중(20 °C)	0.810	0.808	0.806
끓는점(°C)	117	99.5	108
증기압(mmHg, 20 °C)	4.2	13	9

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
1- 부탄올	TWA	-	-	20	61	100	300
	STEL/Ceiling(C)	50(C)	150(C)	-	-	-	-
2- 부탄올	TWA	100	305	100	300	150	450
	STEL/Ceiling(C)	150	455	-	-	-	-
이소부틸알콜	TWA	50	150	50	152	100	300
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 2 l</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 10 l</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1% 2- propanol이 함유된 CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율:0.85 - 0.92(Sr 0.021-0.028)</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 l 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :</p> <p style="padding-left: 20px;">범 위 : 1.5 - 9 mg/시료</p> <p style="padding-left: 20px;">정 밀 도 : 0.021 - 0.028</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 1% 2-propanol이 함유된 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 l/min의 저유량 펌프



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 2-mm ID, 10% SP-1000 on 80/100 mesh Chromosop WHP  
또는 이와 동등 이상의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 1%(v/v) 2-propanol을 포함한 CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석  
등급이어야 함
- (나) 내부표준물질 : 0.2% v/v n-undecane, 0.1% v/v hexane 또는 분석하고자 하는 물질 종류  
에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프  
에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료채취유량이 1 - 10 l  
정도 되도록 한다( 2- 부탄올, 이소부틸알콜의 경우는 2 - 10 l).
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼  
마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비 한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C
    - 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C
    - 칼럼 (Column) : 75  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1401. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA). Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-029
---------

### 알콜 3

1. 물질명 : 시클로헥사놀(Cyclohexanol), 이소아밀알콜(Isoamyl alcohol)

#### 2. 물리·화학적 특성

구 분	시클로헥사놀	이소아밀알콜
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH
CAS No.	108-93-0	123-51-3
분자량	100.16	88.15
비중	0.962	0.813
끓는점(°C)	161(녹는점: 24 °C)	132
증기압(mmHg, 20 °C)	1.0	28

#### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
시클로헥사놀	TWA	50	200	50	206	50	200
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
이소펜틸알콜	TWA	100	360	100	361	100	360
	STEL/Ceiling(C)	125	450	125	452	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소 : 1 ℓ 최대 : 10 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 5% 2- propanol이 함유된 CS <sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율 : 0.78 - 0.99(Sr 0.015 - 0.054)  3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10ℓ 채취시 )  4. 정 도 : (1) 범 위 : 1 - 4.7 mg/시료 (2) 표준편차 : 0.015 - 0.054  5. 검출한계 : 0.01 mg/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 5% 2-propanol이 함유된 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 2-mm ID, 10% SP-1000 on 80/100 mesh Supelcoport 또

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

는 이와 동등 이상의 칼럼

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 5%(v/v) 2-propanol을 포함한 CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석 등급이어야 함
- (나) 내부표준물질 : 0.2% v/v n-pentadecane, 0.1% v/v hexane 또는 분석 하고자 하는 물질종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 1 - 10 l 정도 되도록 한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

**(5) 분석과정****(가) 검량선 작성과 정도관리**

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

**(나) 분석**

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 80 - 120  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1402. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-030
---------

## 알콜 4

1. 물질명 : 에틸렌글리콜 모노메틸 에테르(Ethyleneglycol monomethyl ether, 메틸셀로솔브, 2-메톡시에탄올), 에틸렌글리콜 모노 부틸 에테르(Ethyleneglycol monobutyl ether, 부틸셀로솔브, 2-부톡시에탄올) 에틸렌글리콜 모노에틸 에테르(Ethyleneglycol monoethyl ether, 셀로솔브, 2-에톡시에탄올)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸셀로솔브	부틸셀로솔브 (2-부톡시에탄올)	셀로솔브 (2-에톡시에탄올)
화학식	HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>3</sub>	HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> O(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
CAS No.	109-86-4	111-76-2	110-80-5
분자량	76.09	118.17	90.12
비중(20 °C)	0.966	0.902	0.931
끓는점(°C)	124	171	135
증기압(mmHg, 20°C)	6	0.8	4

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
메틸셀로솔브	TWA	5	16	5	16	25	80
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
부틸셀로솔브	TWA	25	120	20(A3)	97(A3)	50	240
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
셀로솔브	TWA	5	19	5	18	200	740
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

## 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01-0.05 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>    메틸셀로솔브 : 최소-6 <math>\ell</math>                   최대-50 <math>\ell</math></p> <p>    부틸셀로솔브 : 최소-2 <math>\ell</math>                   최대-10 <math>\ell</math></p> <p>    셀로솔브      : 최소-1 <math>\ell</math>                   최대-6 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장           공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후           FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 5% methanol이 함유된 CS<sub>2</sub>           1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.98 - 1.02(Sr 0.008 - 0.009)</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 <math>\ell</math> 채취시)</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 1 - 8 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.008 - 0.009</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 - 0.02 mg/시료</p>

## (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 5% methanol이 함유된 CS<sub>2</sub>로 탈착 시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shellCharcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.05 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 2-mm ID, 10% SP-1000 on 80/100 Chromosorb WHP 또는 이와 동등 이상의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 5%(v/v) methanol을 포함한 CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석 등급이어야 함
- (나) 내부표준물질 : 0.2% v/v 1- heptanol, 0.1% v/v ethyl benzene 또는 분석 하고자 하는 물질종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다..
  - ③ 0.01 - 0.05 ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료채취유량이 6 - 50 ℓ (메틸셀로솔브), 2 - 10 ℓ (부틸셀로솔브), 1 - 6 ℓ (셀로솔브) 정도 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

마개는 버린다.

- ② 각 바이올에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스 : 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C
    - 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C
    - 칼 럼 (Column) : 95  $^{\circ}$ C(메틸셀로솔브)
    - 145  $^{\circ}$ C(부틸셀로솔브)
    - 140  $^{\circ}$ C(셀로솔브)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

**(6) 농도계산**

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

**참고문헌**

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1403. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-031

## 알파나프틸아민

1. 물질명 : 알파나프틸아민( $\alpha$ -Naphthylamine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	알파나프틸아민
화학식	$C_{10}H_7NH_2$
CAS No.	134-32-7
분자량	143.19
비중(20 °C)	-
녹는점(°C)	50
증기압(mmHg, 20 °C)	0.004

3. 노출기준

구 분	노동부고시('98)		ACGIH('98)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	A1		미규정		미규정(Ca)	
STEL/Ceiling(C)						

\* Ca: OSHA에서는 발암물질로 규정함.(29 CFR 1910.1004)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 11
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>1) 방법 : 여과채취 + 고체채취</p> <p>2) 기구 및 채취제 : 필터 + 흡착튜브 (glass fiber + silica gel. 100 mg/50 mg)</p> <p>3) 시료채취 유량 : 0.2 - 0.8 l/min</p> <p>4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 30 l (at 0.5 µg/m<sup>3</sup>)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 100 l</p> <p>2. 운반 : 드라이아이스로 냉동하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : -15 °C에서 22일 저장 할 경우 82 - 100%</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>1) 방법 : 0.05%(v/v), acetic acid/ 2-propanol 0.5 ml를 넣고 60분간 방치</p> <p>2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 : 0.02 - 7 µg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p style="padding-left: 20px;">범 위 : 0.15 - 3.5 µg/시료</p> <p style="padding-left: 20px;">정 밀 도 : 0.08(at 0.3 µg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 µg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.0005 -0.01 ppm (50 l 공기 채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 1-nitronaphthalene의 머무름 시간이 분석대상물질과 비슷하므로 분석시 주의.</p>

## 1. 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터와 흡착튜브가 연결된 시료채취기로 채취하여 0.05%(v/v) acetic acid/2-propanol로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

## 2. 기구

2.1 채취기 : 필터(13-mm, high-efficiency glass fiber filter), 흡착튜브 (silica gel 100 mg/ 50 mg,

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

20/45mesh)

- 2.2 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 0.8 ℓ/min의 저유량 펌프
- 2.3 Gas Chromatograph, detector : FID
- 2.4 Column : glass, 1.8 m x 2 mm ID, packed with 3% OV-225 Chromosorb WHP
- 2.5 시험관 : 1 ml Glass, 폴리에틸렌 마개가 있는것.
- 2.6 마이크로 실린지 : 5, 10 μℓ
- 2.7 용량플라스크 : 10 ml
- 2.8 피펫
- 2.9 원심분리기
- 2.10 시험관 진탕기(test tube vortex)

### 3. 시약

- 3.1 탈착액 : 0.05%(v/v), acetic acid/2-propanol
- 3.2 α-Naphthylamine
- 3.3 표준원액 제조법 : 500 μg/ml, 냉장보관시 1개월정도 안정
  - 3.3.1 알파나프틸아민 5 g을 정확히 칭량하여 10 ml 용량플라스크에 넣는다.
  - 3.3.2 탈착액으로 녹여 10 ml가 되게 한다.
  - 3.3.3 적당히 희석하여 농도를 맞춘다.
- 3.4 헬륨(He) 가스
- 3.5 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- 3.6 여과된 공기
  - \* 주의 : 표준원액 제조과정은 반드시 후드안에서 이루어져야 함.

### 4. 채취 및 처리

- 4.1 시료채취
  - 4.1.1 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - 4.1.2 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - 4.1.3 0.2 - 0.8ℓ/분에서 정확한 유량으로 30 - 100 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - 4.1.4 시료채취가 끝나면 마개로 막아 드라이아이스와 함께 운반한다.
- 4.2 시료의 전처리
  - 4.2.1 각 시료를 실온에 방치하여 실온정도가 되게 한다.



4.2.2 필터와 흡착튜브의 앞 층을 시험관에 넣고 흡착튜브의 뒤 층을 또 다른 시험관에 옮겨 넣는다.

4.2.3 탈착액 0.5 ml를 넣고 마개를 한 다음 시험관 혼합기로 혼합한다.

4.2.4 가끔 흔들면서 60분간 방치한다.

## 5. 분석과정

### 5.1 검량선 작성과 정도관리

5.1.1 시료농도(시료당 0.02 - 7  $\mu\text{g}/\text{ml}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.

5.1.2 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

5.1.3 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.

(1) 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.

(2) 표준원액 또는 이의 희석액 2 - 20  $\mu\text{l}$ 를 필터와 흡착튜브의 앞 층에 마이크로시린지를 이용하여 주입한다.

(3) 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.

(4) 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.

(5) 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{채취된 시료중의 염화비닐 양}$$

### 5.2 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

#### 5.2.1 기기 조건

(1) 주입량 : 1  $\mu\text{l}$

(2) 운반가스: 질소 또는 헬륨, 24 ml/min

(3) 온도 : 도입부(Injector) : 190  $^{\circ}\text{C}$

검출부(Detector) : 165  $^{\circ}\text{C}$

칼럼 (Column) : 163  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아 보면 된다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

5.2.2 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## 6. 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_s - B_f - B_s)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 필터의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 흡착튜브의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 필터 공시료의 양 (μg)

B<sub>s</sub> : 흡착튜브 공시료의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

## 7. 기타분석방법

액체채취 후 GC(ECD)를 이용하는 방법<sup>2)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5518. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.204

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-032
---------

## 암모니아

1. 물질명 : 암모니아(Ammonia)

2. 물리·화학적 특성

구 분	암모니아
화학식	NH <sub>3</sub>
CAS No.	7664-41-7
분자량	17.03
비중(vapor, air = 1)	0.6
끓는점(°C)	-33.4
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	25	18	25	17	50	35
STEL/Ceiling(C)	35	27	35	24	-	-

4. 분석방법 : 분광광도계법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 07; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취            (1) 방법 : 액체채취            (2) 기구 및 채취제 : 미젯임핀저            (3) 시료채취 유량 : 1 ℓ/min            (4) 총량 : 1 ℓ/min으로 10-15 분정도</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기            (1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 분광광도계로 분석            (2) 기기 : 분광광도계</p> <p>2. 발색            (1) 방법 : 네슬러 시약 2 ml를 첨가하여 황갈색의 발색 유도            (2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :            (1) 범 위 : 0.1 - 0.8 mg/10 ℓ 공기            (2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 0.2 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.2 - 0.8 mg(10 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 장점과 단점 : 암모늄염의 방해역할을 제외하면 매우 민감한 방법이나 암모니아와 수산화암모늄의 구별이 어렵다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액을 통과시켜 암모니아를 채취한 후 네슬러시약으로 발색시켜 분광광도계를 이용하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 미젯 임핀저
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 2 ℓ/min 펌프
- (다) 분광광도계
- (라) 메스플라스크
- (마) 피펫 등

(3) 시약

(가) 증류수 : 이온교환수지 등을 통과시켜 암모니아가 없는 것이어야 함.

(나) 요오드화 칼륨 : 시약등급

(다) 염화수은 : 시약등급

(라) 수산화칼륨 : 시약등급

(마) 황산암모늄 : 시약등급

(바) 네슬러시약(Nessler's reagent) : 독성이 강하므로 취급시 주의

① 따뜻한 증류수 500 ml에 염화수은(Mercuric chloride) 35 g을 넣는다.

② 여과하고 식힌다.

③ 찬 증류수 260 ml에 62.5 g의 요오드화칼륨을 넣는다.

④ 요오드용액 250 ml에 염화수은용액을 넣어서 붉은색 침전이 형성될 때까지 첨가 한다.

⑤ 요오드용액의 침전물을 흔들어서 용해시키고 다시 염화수은 용액을 붉은색 침전이 생길 때까지 계속 첨가한다.

⑥ 250 ml의 증류수에 150 g의 수산화칼륨을 녹인다. 이 용액을 요오드화칼륨-염화수은 용액에 첨가하고 증류수로 1 l 까지 보정한다.

⑦ 천천히 저어주고 하룻밤 정도 방치한다.

⑧ 깨끗한 액체를 가만히 따른다.

\* 네슬러 시약은 상품화된 것 구입가능함.

(사) 황산암모늄 표준용액

0.776 g의 황산암모늄(ammonium sulfate)를 증류수로 1 l 까지 보정한다.(1 ml = 20  $\mu$ g ammonia) - 1 주일동안 사용 가능함.

(아) 흡수액

황산 2.8 ml에 증류수를 넣어 1 l 로 희석한다.

#### (4) 채취 및 처리

(가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).

(나) 시료채취 바로 전에 버블러에 흡수액을 10 ml 넣고 시료를 채취한다.

(다) 1 l/분에서 정확한 유량으로 10 - 15 분동안 시료를 채취한다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

① 황산암모늄 표준용액 0, 5, 10, 30, 40 ml씩 분취하여 시료분석방법과 동일하게 분석한다.

② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

분광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 하여 분석한다.

- ① 시료를 50 ml 용량플라스크에 넣어서 증류수로 흔들면서 보정한다.
- ② 이 용액에서 1 ml를 취하여 50 ml 용량플라스크에 넣고 다시 증류수로 보정한다.
- ③ 네슬러 시약 2 ml를 첨가하고 10분 후에 440 nm에서 흡광도를 측정한다.
- ④ 공시료도 똑같은 방법으로 실시한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$\mu\text{g}/\text{m}^3 = \frac{W \times 1000}{V}$$

W = 분석값(시료값-공시료값)

V = 공기부피(ℓ, 25 °C, 760 mmHg)

## (7) 기타분석방법

- (가) 고체채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>2)</sup>
- (나) 고체채취 후 흡광광도계 분석하는 방법<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. APHA : Methods of Air Sampling and Analysis, 2nd Ed, No. 801
2. NIOSH : NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed, A-D, Method 6016
3. NIOSH : NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed, A-D, Method 6015

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-033
---------

## 에스테르

1. 물질명 : 에틸아크릴레이트(Ethylacrylate), 에틸렌글리콜 모노에틸 에테르아세테이트 (Ethylene glycol monoethyl ether acetate, 셀로솔브아세틱, 2-에톡시에틸아세테이트), 초산부틸(Butyl acetate), 초산이소부틸(Isobutyl acetate), 초산이소펜틸 (Isopentyl acetate, 초산이소아밀), 초산펜틸(Pentyl acetate), 초산프로필(Propyl acetate)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸아크릴레이트	셀로솔브아세테이트	초산부틸	초산이소부틸	초산이소펜틸	초산펜틸	초 산 프로필
화학식	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>
CAS No.	140-88-5	111-15-9	123-86-4	110-19-0	123-92-2	628-63-7	109-60-4
분자량	100.1	132.16	116.16	116.16	130.18	130.18	102.13
비중(20 °C)	0.92	0.973	0.883	0.871	0.876	0.876	0.890
끓는점(°C)	99.4	156	126	117	142	149	102
증기압(mmHg, 20 °C)	29	2	10	13	4	4	25

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
에틸아크릴레이트	TWA	5	20	5(A4)	20(A4)	25	100
	STEL/Ceiling(C)	-	-	15(A4)	61(A4)	-	-
셀로솔브아세테이트	TWA	5	27	5	27	100	540
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
초산부틸	TWA	150	710	150	713	150	710
	STEL/Ceiling(C)	200	950	200	950	-	-
초산이소부틸	TWA	150	700	150	713	150	700
	STEL/Ceiling(C)	187	875	-	-	-	-
초산이소아밀	TWA	100	525	50	266	100	525
	STEL/Ceiling(C)	-	-	100	532	-	-
초산아밀	TWA	100	530	50	266	100	525
	STEL/Ceiling(C)	-	-	100	532	-	-
초산프로필	TWA	200	840	200	835	200	840
	STEL/Ceiling(C)	250	1050	250	1040	-	-

### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 40px;">최소- 1 ℓ</p> <p style="padding-left: 40px;">최대-10 ℓ</p> <p>2. 운반 : 냉장운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.79 - 0.95(Sr.0.010 - 0.039)</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 ℓ 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 208 - 2005 mg/m<sup>3</sup></p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.012 - 0.039</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 3-mm ID, 5% FFAP on 100/120 mesh Chromosorb WHP 또는 이와 동등 이상의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(사) 용량플라스크 : 10 ml

(아) 피펫

### (3) 시약

(가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함

(나) 내부표준물질 : 0.1% v/v benzene, 1% v/v tridecane 또는 분석 하고자 하는 물질 종류에 따라 적절한 것 사용

(다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용

(라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스

(마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스

(바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 10 l 정도 되도록 한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.

- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

- ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
- ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200 - 225  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 90  $^{\circ}$ C(초산부틸)  
 70  $^{\circ}$ C(초산이소부틸)  
 90  $^{\circ}$ C(초산이소펜틸)  
 90  $^{\circ}$ C(초산펜틸)  
 70  $^{\circ}$ C(초산프로필)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1450. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-034

## 에틸렌이민, 프로필렌이민

1. 물질명 : 에틸렌이민(Ethylene imine), 프로필렌이민(propylene imine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸렌이민	프로필렌이민
화학식	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> N	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> N
CAS No.	151-56-4	75-55-8
분자량	43.07	57.1
비중(24 °C)	0.832	0.80
끓는점(°C)	56 - 57	66.7
증기압(mmHg, 20 °C)	160	112

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
에틸렌이민	TWA	0.5	1	0.5(A3)	0.88(A3)	Ca	Ca
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
프로필렌이민	TWA	2(A2)	5(A2)	2(A3)	4.7(A3)	2	5
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1003)

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

○ 작성일자 : 1997. 10; 2003. 12(1차 개정)

○ 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 버블러 (Folin's reagent)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량: 최소- 1 ℓ (at 0.5 ppm) 최대- 48 ℓ</p> <p>2. 운반 : 햇빛을 차단하여 5 ℃에서 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 어두운 곳에서 14일 이상(at 5 ℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 UV 파장에서 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CHCl<sub>3</sub> 4 ml를 넣고 15 초간 2회에 걸쳐 추출</p> <p>(2) 효율 : 0.93 - 0.95 정도</p> <p>3. 검량선 : 0.3 μg - 795 μg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 1 - 795 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.024</p> <p>5. 검출한계 : 0.3 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.014 - 11 ppm(40 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 :</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 Folin's 시약이 들어 있는 흡수액으로 채취하여 CHCl<sub>3</sub>로 추출한 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기: 15 ml Folin's 시약이 들어있는 버블러

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) HPLC, detector : UV
- (라) Column
  - ① 에틸렌이민: Lichrosorb DIOL 25 cm x 4.6-mm ID
  - ②프로필렌이민: C18 column
- (마) 용량플라스크 : 10, 100, 250, 500 ml
- (바) 마이크로 실린지 : 10, 100  $\mu$ l, 1 ml(10  $\mu$ l까지 측정 가능한 것)
- (사) 메스실린더 : 25, 100 ml
- (아) 분액깔대기(Separatory funnel)
- (자) 깔대기, 여과지
- (차) 비이커
- (카) 알루미늄 호일
- (타) pH paper

**(3) 시약**

- (가) 클로로포름 : 보존제(안정제)로 1% 에탄올이 들어있는 것으로 UV 등급용
- (나) 헥산(Hexane) : UV 등급용
- (다) 2-Propanol : UV 등급용
- (라) 메탄올 : UV 등급용
- (마) Ethylenimine, Propylene imine
- (바) 1,2-Naphthoquinone-4-sulfonic acid, sodium salt
- (사) 증류수
  - (아) NaOH 용액(0.1M) : NaOH 1 g을 증류수에 녹여 250 ml가 되게 한다.
  - (자) 0.1 M  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  용액 :  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  3.40 g을 증류수에 녹여 250 ml가 되게 한다.
  - (차) 완충용액(pH = 7.7) : 0.1 M NaOH용액 93.4 ml에 0.1 M  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ 용액 100 ml를 혼합한다.
- (카) Folin's 시약 : 1,2-Naphthoquinone-4-sulfonic acid, sodium salt 0.40 g을 완충용액 100 ml에 녹인 후 증류수를 가하여 500 ml가 되게 한다. 알루미늄 호일로 감싸 냉장보관(5 일정도 안정)
- (타) 0.5 M  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  용액 :  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  19 g을 증류수에 녹여 100 ml가 되게 한다.
- (파) 4-(1-Aziridiny)-1,2-naphthoquinone
  - ① 1,2-Naphthoquinone-4-sulfonic acid, sodium salt 2 g과 증류수 250 ml를 알루미늄 호일로 감싼 1ℓ 분액깔대기에 넣는다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 0.5 M Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 용액 25 ml를 가하고 흔들어 섞는다.
  - ③ Ethylenimine 0.3 ml를 가하고 10 분후에 흔든다.
  - ④ Chloroform 200 ml를 가하여 4-(1-Aziridinyl)-1, 2-naphthoquinone을 추출한다.  
(6회 반복)
  - ⑤ 알루미늄 호일로 감싼 2 L 비이커에 ④ 에서 추출한 4-(1-Aziridinyl)-1, 2-naphthoquinone을 넣는다.
  - ⑥ 질소가스를 가하여 chloroform을 증발시킨다.
  - ⑦ 잔유물을 알루미늄 호일로 감싼 50 ml 비이커에 넣는다.
  - ⑧ 메탄올 35 ml와 클로로포름 1 ml을 다시 가한 후 여과시켜 0 °C 까지 식힌다.
  - ⑨ 결정체를 냉각시킨 메탄올 4 ml를 가하여 세척한 다음 다시 질소가스를 가해 말린다.
- (하) 표준원액, 500 µg/ml : 4-(1-Aziridinyl)-1, 2-naphthoquinone 125 mg에 클로로 포름을 가해 250 ml가 되게 한다.
- 3.15 회수율 원액, 10 mg/ml : Ethylenimine 2.50 g에 클로로포름을 가하여 250 ml가 되게 한다.

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정하여 시료채취기를 연결한다.
- ② 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 48 l 정도 시료를 채취한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 피펫 벌브(bulb)로 버블러에 공기를 주입하여 버블러 내벽에 묻어있는 에틸렌이민등을 떨어 뜨린 후 2 ml 클로로포름을 가해 버블러 내벽을 세척한다.
- ④ 버블러를 PTFE 또는 유리마개로 막고 알루미늄호일 등으로 감싼 다음 5 °C에서 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 시료를 60 ml 분액 깔대기에 옮긴다.
- ② 클로로포름 4 ml를 가해 버블러를 세척한 다음 분액 깔대기에 다시 넣는다.
- ③ 마개를 막고 15초 동안 힘차게 흔든 다음 층이 분리가 되도록 방치한다.
- ④ 10 ml 용량 플라스크에 클로로포름층 추출물을 옮긴다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ⑤ ②, ③의 과정을 반복하여 4)의 용량플라스크에 첨가한다.
- ⑥ 클로로포름을 가해 부피가 정확히 10 ml가 되게 한다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 표준원액을 적당히 희석하여 1.4 - 3681  $\mu\text{g}$ (4-(1-Aziridinyl)-1, 2-naphthoquinone)/ 시료(0.3 - 795  $\mu\text{g}$ , 에틸렌이민/시료에 해당함)농도 포함될 수 있는 적절한 범위의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이 때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 회수율용 원액을 클로로포름으로 적당히 희석하여 Folin 시약 15 ml가 들어있는 버블러에 직접 주입한다.
- ㉡ 시료 전처리 방법과 동일하게 분석한다.
- ㉢ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.  
회수율(RE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 10  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 검출기 : UV, 254 nm
  - ㉢ 이동상
    - 에틸렌이민:59.5% hexane :40% chloroform(with 1% ethanol); 0.5% 2-propanol
    - 프로필렌이민:50% Methanol: 50% Water
  - ㉣ 이동속도 : 1.3 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입하여 측정한다.

**(6) 농도계산**

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W : 시료에서 측정된 양 (μg)  
B : 공시료에서 측정된 양 (μg)

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3514. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-035
---------

## 에틸에테르

1. 물질명 : 에틸에테르(Ethyl ether), 디에틸에테르(Diethyl ether)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸에테르
화학식	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> O
CAS No.	60-29-7
분자량	74.14
비중(20℃)	0.713
끓는점(℃)	34.6
증기압(mmHg, 20 ℃)	440

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	400	1200	400	1210	400	1200
STEL/Ceiling(C)	500	1500	500	1520	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

○ 작성일자 : 1997. 09; 2003. 5(1차 개정)

○ 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 고체채취  (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브  (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)  (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min  (4) 총량 :  최소- 0.25 ℓ (at 400 ppm)  최대- 3 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장  공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후  FID로 검출  (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : 1 ml Ethyl acetate를 넣고 30  분간방치  (2) 효율: 0.98</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 11 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 0.3 - 11 mg/시료  (2) 정 밀 도 : 0.024 (at 1.8-7.1 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 33 - 880 ppm( 3 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 습도는 시료과과유량에 영향을  미침.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 ethyl acetate로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : Stainless steel : 1.2 m x 6-mm OD, packed with 50/80 mesh Porapak Q
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 에틸아세테이트(Ethyl acetate) :시약등급용
- (나) 에틸에테르 : 시약 등급용
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 0.25 - 3 l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 11 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
- $$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
- ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
- ㉡ 운반가스: 질소 30 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 195  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 175  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

활성탄관에 채취하여 GC로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1610. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-036
---------

## 염 소

1. 물질명 : 염소(Chlorine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	염 소
화학식	Cl <sub>2</sub>
CAS No.	7782-50-5
분자량	70.91
비중(gas, 0 °C)	3.214 g/ℓ
끓는점(°C)	-34.6
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	3	0.5(A4)	1.5(A4)	-	-
STEL/Ceiling(C)	3	9	1(A4)	2.9(A4)	1(C)	3(C)

4. 분석방법 : 분광광도계법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 버블러 (버블러, 흡수액 100 ml)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 2 l/min</p> <p>(4) 총량 : 5 - 100 µg/ml(흡수액)정도가 채취될 수 있도록 총량을 결정</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음 (냉장보관 필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 분광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계</p> <p>2. 발색</p> <p>(1) 방법 : Methyl orange 법</p> <p>(2) 효율: -</p> <p>3. 검량선 : 5 - 100 µg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.05 - 1 ppm</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>6. 적용 : 145 µg - 2900 µg/m<sup>3</sup></p> <p>7. 방해작용 : Free bromine, Manganese (Ⅲ,Ⅳ)는 양의 방해작용을 하며 SO<sub>2</sub>는 음의 방해작용을 함.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 들어있는 버블러 통과시켜 공기 중의 염소를 흡수시킨 다음 분광광도계를 이용하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 버블러( Fritted bubbler, 250 - 350 ml)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 2 l/min 펌프
- (다) 분광광도계

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) 뷰렛
- (마) 용량플라스크
- (바) 피펫

### (3) 시약

- (가) 증류수 : 염소가 없는 것이어야 함(끓여서 식힌 것 사용)
- (나) 메틸오렌지 저장용액, 0.05% : 메틸오렌지(시약등급) 0.500g을 증류수에 녹여 1ℓ가 되게 한다.
- (다) 메틸오렌지 시약, 0.005% : 나.에서 제조한 저장용액 100ml에 증류수를 가하여 1ℓ가 되게 한다.
- (라) 시료채취용액(흡수액) : 다.에서 제조한 용액 6 ml에 증류수와 5.0 N 염산 3 방울 (0.15 - 0.20 ml)을 가하여 100 ml가 되게 한다. 시료채취 효율을 높이기 위해 부탄올 1 방울을 첨가할 수 있다.
- (라) 산화된 물  
증류수 100 ml에 5 N 염산용액을 3 방울 정도 떨어뜨린다.
- (마) Potassium dichromate 용액, 0.1000 N : Potassium dichromate( $K_2Cr_2O_7$ , anhydrous) 4.904 g을 증류수에 녹여 1ℓ가 되게 한다.
- (바) 전분 지시용액  
수용성전분 1 g을 약간의 증류수에 넣어 녹인다음 증류수를 가하여 200 ml가 되게 한다. 한다. 그 다음 끓인 후 식힌 다음 전분반죽 상태를 휘젓는다...(사용할 때 마다조제)  
아. Potassium iodide
- (바) 티오황산나트륨 용액(Sodium thiosulfate solution), 0.1 N :  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  25 g을 끓여서 식힌 증류수를 가하여 녹인 다음 1ℓ가 되게 한다. 보존제로 클로로포름 5 ml를 넣고 2 주 정도 방치한 다음, 다음과 같이 표정한다.

표 정 : 증류수 80 ml를 비이커에 넣고 일정하게 계속 stirring 시키면서 진한 황산 1 ml와 0.1 N 티오황산 나트륨용액 10.0 ml 그리고 요오드화 칼륨(KI) 1 g 정도를 첨가한다. 어두운 곳에 이용액을 6분정도 방치한 다음 0.1 N 티오황산 용액으로 적정한다. 당량점 부근(갈색에서 연두색으로 변하는 지점) 전분 지시용액 1 ml를 가한 후 파란색에서 옅은 초록이 될 때 까지 적정한다.

$$\text{Normality } Na_2S_2O_3 = (1.000 / \text{사용한 } 0.1 \text{ N 티오황산 나트륨용액 부피}(ml))$$

- (사) 티오황산나트륨 용액, 0.01 N : 자.에서 표정된 0.1 N 티오황산 나트륨용액 100 ml에 끓여서 식힌 증류수를 가하여 1ℓ가 되게 한다. 보존제로서 5 ml의 클로로포름을 넣은 다음 유리마개가 있는병에 넣어 보관하다.
- (아) 염소용액, 10 ppm정도 : 10% 차아염소산나트륨(Sodium hypochlorite)를 희석하여 10 ppm정도를 만든 다음, 이 표준원액 중의 유효 염소농도를 0.01 N 티오황산나트륨 용액으로 표정한다(사용시 표정)

표 정 : 카.에서 제조한 10 ppm정도의 표준원액 400 ml에 요오드화 칼륨 1g 과 glacial acetic acid 5 ml를 첨가한 다음 요오드 색깔이 옅은 노란색이 될 때까지 0.01 N 티오황산나트륨 용액으로 적정한다. 옅은 노란색이 되면 전분지시용액 1 ml를 첨가하여 파란색에서 무색이 될 때 까지 적정하여 염소용액(10 ppm정도)의 정확한 염소농도를 구한다.(0.0100 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  1 ml = 0.3546mg  $\text{Cl}_2$ )

#### (4) 채취 및 처리

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 버블러에 흡수액을 100 ml 넣고 시료를 채취한다.
- (다) 1 - 2 ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다. 시료채취 시간의 결정은 흡수액 1 ml당  $\text{Cl}_2$ 양이 5 - 100  $\mu\text{g}$ 정도 되도록 결정한다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 6 개의 100 ml 용량플라스크에 각각 0.005% 메틸오렌지 시약 6 ml, 증류수 75 ml 그리고 5.0 N 염산용액 3방울 정도를 넣고 염소용액(10 ppm 정도)를 0, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 9.0 ml를 정확히 취하여 용량플라스크의 용액 수면아래에 넣는다. 재빠르게 혼합한 다음 증류수로 100 ml를 맞춘다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 용액의 흡수도와  $\text{Cl}_2$ 의  $\mu\text{g}$ 사이에서 검량선을 그리면 직선관계가 그려진다.

(나) 분석

분광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

\* 기기 조건

- 측정 파장 : 505nm

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$\text{ppm, Cl}_2 = \frac{\text{분석된 Cl}_2 \text{ 양(mg)}}{\text{시료채취 공기량(L)}} \times \frac{24.45}{71}$$

## (7) 기타분석방법

여과채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

## 참고문헌

1. APHA : Methods of Air Sampling and Analysis, 2nd Ed, No. 806
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6011. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-037
---------

## 염소화비페닐

1. 물질명 : 염소화비페닐 (Polychlorobiphenyls, PCB), 42% Cl  
           : C<sub>12</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>(chlorodiphenyl)\* 54% Cl :  
           C<sub>12</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>5</sub>(chlorodiphenyl)\*\*

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	염소화비페닐
화학식	C <sub>12</sub> H <sub>10-x</sub> Cl <sub>x</sub> , x = 1 - 10
CAS No.	53469-21-9(*), 11097-69-1(**)
분자량	ca.258(8), ca.(326)
비중(25 ℃)	1.38(*), 1.54(**)
끓는점(℃)	325-366(*), 365-390(**)
증기압(mmHg, 20 ℃)	8x10 <sup>-5</sup> (*), 3x10 <sup>-6</sup> (**)

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
Polychlorobiphenyls	TWA	-	1	-	1	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	2	-	-	-	-
42%, Chlorodiphenyl	TWA	-	1	-	1	-	1
	STEL/Ceiling(C)	-	2	-	-	-	-
54%, Chlorodiphenyl	TWA	-	0.5	-	0.5(A3)	-	0.5(A3)
	STEL/Ceiling(C)	-	1	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과+고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 여과지+흡착튜브 (13-mm glass fiber + Florisil, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.05 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 1 l (at 0.5 mg/m<sup>3</sup>) 최대- 50 l</p> <p>2. 운반 : 시료채취 후 여과지는 바이알에 옮겨 이동한다.</p> <p>3. 시료의 안정성 : 여과지-알려지지 않음 흡착튜브-2개월 정도</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 GC를 이용하여 분리한 후 ECD로 검출</p> <p>(2) 기기 : ECD 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : - 여과지, 흡착튜브의 앞 층 : 5 ml hexane - 흡착튜브의 뒤 층 : 2 ml hexane을 넣고 가끔 흔들면서 20분 동안 방치</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 10 - 500 ng/ml PCB</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.4 - 4 µg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.044</p> <p>5. 검출한계 : 0.03 µg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.01 - 10 ml/m<sup>3</sup>(40 l 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 염소계 살충제, DDT, DDE는 PCB의 정량에 방해할 수도 있음.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지와 흡착튜브가 연결된 시료채취 기구로 채취하여 Hexane으로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 여과지(13-mm 유리섬유 필터, eg. Cat. No. SX 0001300, millipore corp)  
Swinnex cassette, 흡착튜브 ( 30/48 mesh deactivated Florisil, 100 mg/50 mg, eg. SKC 226-39, Supelco ORBO-60 or equivalent)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.05 - 0.2 l/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : ECD(<sup>63</sup>Ni)
- (라) Column : glass, 1.8 m x 2-mm ID, 1.5% OV-17/1.95% QF-1 on 80/100 mesh Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 4, 7 ml Glass, Aluminum or PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : Hexane, pesticide quality
- (나) Florisil, 100 mg/50 mg : 상품화된 것 구입가능(eg. SKC Cat. No. 226-39)
- (다) PCB 표준원액 : PCB/methanol(또는 isooctane), 상품화된 것 구입가능
- (라) 질소 가스

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 필착 흡착튜브, 펌프 순으로 연결한다.
  - ③ 0.05 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 50 l 정도 시료를 채취한다.  
\* 참고 : PCB의 농도가 저농도일 경우 1l/분에서 24시간 정도 시료를 채취하는 경우도 있음.
  - ④ 시료채취가 끝나면 필터는 7 ml 바이엘 병에 옮겨 운반하고 흡착튜브는 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층 100 mg 와 유리섬유를 필터가 해당 필터가 들어 있는 7 ml 바이엘 병에 헥산 5.0 ml를 넣고 즉시 마개를 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 흡착튜브 뒤 층 50 mg과 두 개의 우레탄 폼 마개를 4 ml 바이엘에 넣고 2 ml의 헥산을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 20분정도 방치한다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(10 - 500 ng/ml PCB)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - 일정량의 표준원액을 취해 헥산으로 희석하면서 표준용액을 제조한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브 앞 층과 필터에 주입한다
  - ㉢ 튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 4  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 40 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250 - 300  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300 - 325  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 180  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W + W_f + W_b - B - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 필터의 양 (μg)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 필터의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

- \* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5503. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-038
---------

## 염화비닐

1. 물질명 : 염화비닐(Vinyl chloride) 클로로에틸렌(Chloroethylene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	염 화 비 닐
화학식	CH <sub>2</sub> CHCl
CAS No.	75-01-4
분자량	62.50
비중(20 °C)	0.911
끓는점(°C)	-14
증기압(mmHg, 21.1 °C)	2515.6

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1(A1)	-	1(A1)	2.6(A1)	1(Ca)	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	5(Ca)	-

\* Ca : Carcinogen (29 CFR 1910.1017)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (2 tandem tube each with Coconut Char - coal, 150 mg) 또는 100 mg/ 50 mg의 활성탄관도 사용가능</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.05 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 40px;">최소- 0.7 l</p> <p style="padding-left: 40px;">최대- 5 l</p> <p>2. 운반 : 앞, 뒤튜브를 각각 분리해서 마개로 막은 후 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 10일(25 ℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 0.2 - 200 µg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 2 - 200 µg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 0.04 µg/시료</p> <p>6. 적용 : - 0.16 -16 ppm( 5 l 공기채취) - 1 ppm이상농도 존재시 15분간 시료채취방법으로 사용가능</p> <p>7. 방해작용 : 실온에서 2주이상 보관시 시료과과 외에 다른 방해는 알려진 게 없음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( 2 tandem tube로 각각 150 mg의 활성탄을 포함하는 것, 또는 Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.05 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : stainless steel, 6.1 m x 3.2 mm, 10% SE-30 on 80/100 mesh Chromosorb W(AW-DMCS) 또는 이와 동등 이상의 칼럼(예. Ultra -2 capillary 칼럼)
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 공기채취용 백 : 10 L, Tedlar
- (사) 가스타이트 실린지(Gas-tight syringe) : 0.1, 1ml
- (아) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (자) 용량플라스크 : 10 ml
- (차) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
  - (나) 염화비닐 : 99.9%, 압력용기안에 들어 있음.
  - (다) 표준원액 제조법 : 0.26 mg/ml
    - ① 압력용기안의 염화비닐가스를 테드라백에 주입한다. 이 때 테드라백안의 공기는 완전히 염화비닐가스로 치환되어야 한다.
    - ② 가스타이트 실린지로 염화비닐의 가스시료 1ml를 취한다.
    - ③ 이황화탄소 5 ml가 들어있는 10 ml 메스플라스크속에 바늘의 끝을 넣어 서서히 주입한다.
    - ④ 실린지속의 염화비닐을 완전히 용해시키기 위해 이황화탄소로 실린지를 여러번 세척한다.
    - ⑤ 깨끗한 이황화탄소를 사용한 가스타이트 실린지로 1 ml 정도 뽑아 다시 메스플라스크안에 넣는다 이과정을 2,3 회 정도 반복한다.
    - ⑥ 이황화탄소를 사용하여 메스플라스크의 눈금까지 희석 시킨다.
  - (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
  - (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
  - (바) 여과된 공기
- \* 주의 : 표준원액 제조과정은 반드시 후드안에서 이루어져야 함.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.05 l/분에서 정확한 유량으로 15 - 100 분 정도 시료를 채취한다. 시료채취 총량이 5 l 를 초과하지 않도록 하여야 한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 앞, 뒤의 흡착튜브를 분리한 후 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 마개를 느슨하게 막아둔다.
- ② 앞, 뒤 흡착튜브안의 활성탄을 각각 이황화탄소가 들어있는 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유 와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ③ 즉시 마개를 한다.
- ④ 가끔 흔들면서 30분간 방치한다. 탈착이 끝난 후 30분안에 분석을 실시한다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도( 시료당 0.2 - 200 µg 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 테드라 백안의 공기를 순수한 공기로 치환하여 10 L가 되게 한다.
- ㉡ 염화비닐 표준가스를 가스타이트 실린지로 0.01, 0.08, 0.2ml씩 취해 각각 테드라 백안에 주입한다.
- ㉢ 이 테드라백안의 공기를 시료채취 방법과 동일한 방법으로 시료를 채취한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

주입 부피(ml)	백안의 농도(mg/m <sup>3</sup> )	시료채취량(L)	염화비닐의 양( $\mu$ g)
0.01	2.6	0.8	2
		2.2	6
0.08	21	0.8	17
		2.2	46
0.2	52	2.5	130

㉔ 채취된 시료를 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.

㉕ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{채취된 시료중의 염화비닐 양}$$

㉖ 필요시 1ml의 염화비닐 표준가스를 주입한 테트라백안의 공기를 직접 가스 크로마토그래피에 주입하여 염화비닐의 농도를 확인한다.

(나) 분석

가스 크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

㉗ 주입량 : 5  $\mu$ l

㉘ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min

㉙ 온도 : 도입부(Injector) : 230  $^{\circ}$ C

검출부(Detector) : 230  $^{\circ}$ C

칼럼 (Column) : 60  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - 2B)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)
- B : 평균 공시료 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1007. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 がいづしく 有機溶濟關係 p.167
4. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 03. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-039
---------

## 오라민.마젠타

1. 물질명 : 마젠타(Magenta, Rosaniline), 오라민(Auramine, Dimethylbenzeneamine)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	마젠타	오라민
화학식	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> HCl	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>3</sub>
CAS No.	632-99-5	492-80-8
분자량	337.86	267.37
비중(20 ℃)	1.22	-
녹는점(℃)	200	136
증기압(mmHg, 20 ℃)	-	-

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
마젠타	TWA	미 규 정		미 규 정		미 규 정	
	STEL/Ceiling(C)	미 규 정		미 규 정		미 규 정	
오라민	TWA	미 규 정		미 규 정		미 규 정	
	STEL/Ceiling(C)	미 규 정		미 규 정		미 규 정	

4. 분석방법 : 흡광광도계법<sup>1,2)</sup>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : glass fiber filter (3) 시료채취 유량 : 1.0 ℓ/분 (4) 총량 : 100 ℓ  2. 운반 :  3. 시료의 안정성 :  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 흡광광도계를 이용하여 546 nm(마젠타), 254 또는 340 nm(오라민)에서 검출 (2) 기기 : UV Spectrophotometer  2. 전처리 (1) 방법 : 메탄올로 추출하여 흡광도 측정 (2) 효율:  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : (2) 정 밀 도 :  5. 검출한계 : 0.15 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (마젠타), 0.25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (오라민)

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 유리섬유 필터로 채취하여 메탄올로 추출한 후 흡광광도계를 이용하여 흡광도를 측정하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : glass fiber filter
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) UV spectrophotometer
- (라) 초자기구

### (3) 시약

- (가) 메탄올

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 마젠타
- (다) 오라민

#### (4) 채취 및 처리

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한 후 시료를 채취한다.

#### (5) 분석과정

- (가) 유리섬유 필터에 채취된 시료를 메탄올로 추출한다.
- (나) 마젠타 또는 오라민의 일정량을 메탄올에 녹여 분석하고자 하는 물질의 농도가 포함될수 있도록 표준용액을 만든후 시료분석과정과 동일하게 분석한다.
- (다) 채취물질 중의 색소가 마젠타 또는 오라민 마젠타의 혼합물 뿐일 경우는 메탄올 추출액의 양을 일정하게 한 후 분광광도계로 흡광광도를 측정하여 정량한다.
  - \* 마젠타 이외의 색소가 존재하여 흡광도에 영향을 미칠 우려가 있을 경우 박층 크로마토그래프법으로 이들을 제거한다. 분리를 위하여 사용하는 전개제는 혼합한 색소의 종류에 따라 다르나 마젠타의 염기성 색소 상호 분리에는 n-propyl alcohol:formic acid(80:20, v/v)를 사용한다. 박층크로마토그래피의 흡착제는 실리카겔을 사용한다. 박층상에서 분리된 마젠타는 소형원심 침전관에 옮겨 넣어 메탄올로 추출한다. 추출액은 용량플라스크를 사용하여 일정하게 하든지 또는 중량측정에 의하여 구한다.
- (라) 마젠타의 경우 546 nm에서 흡광도를 측정하게 되는데 10 mm의 cell을 사용할 경우 1 $\mu$ g/ml의 흡광도는 0.27 정도된다. 오라민의 경우 254 또는 340 nm에서 흡광도를 측정하여 정량한다.
  - \* 마젠타, 오라민의 흡광도를 수용액으로 구할 경우 그 수치는 pH에 따라 크게 좌우되므로 주의해야한다.

#### 참고문헌

1. OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
2. 環境有害物の測定と評價 下卷. 1980. P. 210.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-040
---------

## 오르토톨리딘

1. 물질명 : 오르토톨리딘(o-Tolidine), 3,3'-디메틸벤지딘(3,3'-Dimethylbenzidine)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	오르토톨리딘
화학식	$H_2NC_6H_3(CH_3)C_6H_3(CH_3)NH_2$
CAS No.	119-93-7
분자량	212.28
비중(20℃)	1.00
끓는점(℃)	200
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	A2	A2	A3	A3	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 여과지 (5 μm PTFE membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 3 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>    최소- 150 ℓ (at 0.1 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>    최대- 500 ℓ</p> <p>2. 운반 : 햇빛을 차단하여 건조하고 냉장상태 에서 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 어두운곳에서 7일 이상(at 25 °C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 UV 과장에서 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 증류수 2 ml를 넣고 15 분간 초음파처리</p> <p>(2) 효율: 80% 정도</p> <p>3. 검량선 : 0.77 μg - 15.3 μg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 15 - 250 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.04 - 0.08</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>6. 적용 : 0.06 - 8 mg/m<sup>3</sup>(250 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : Aniline, azobenzene, p-amono phenol, p-phenylenediamine, p-nitroaniline이 같은양으로 존재시 측정에 방해가 되지 않는다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 채취하여 증류수로 탈착한 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기: 여과지 (5  $\mu\text{m}$  PTFE membrane), 37mm 카세트(with backup pad, three-piece)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 3  $\ell$  /min의 저유량 펌프
- (다) HPLC, detector: UV
- (라) Column : 10 cm x 8-mm ID, waters Radial Pak C<sub>18</sub>, 10  $\mu\text{m}$  particles, with compression Module or equivalent
- (마) 바이엘 : 4 ml with Screw Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10, 25, 50  $\mu\text{l}$
- (사) 비이커 : 50 ml
- (아) 피펫
- (자) 초음파 수욕조

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 증류수 또는 탈이온수
- (나) 메탄올 : HPLC 등급용
- (다) o-Tolidine
- (다). 표준원액 : o-Tolidine 15.3 mg을 메탄올에 녹여 10 ml가 되게 한다.( 4  $^{\circ}\text{C}$ 에서 1개 월간 안정)
- (라) Disodium hydrogen phosphate : Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>
- (마) Potassium dihydrogen phosphate : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>
- (바) Sodium hydrosulfite : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
- (사) HPLC 이동상 완충용액 : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 3.39g 과 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 4.30g을 증류수에 녹여 1  $\ell$  가 되게 한다.(사용시 조제)
- (아) 환원 완충용액 :
  - 용액 A : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 1.179g과 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 4.30g을 증류수에 녹여 1  $\ell$  가 되게 한다(사용시 조제)
  - 용액 B : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 11.79g과 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 43.0g을 증류수에 녹여 1  $\ell$  가 되게 한다(사용시 조제)
- (자) 환원용액 : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 200 mg을 사용하기 전에 환원완충용액 A 또는 B 10 ml에 녹인다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 1 - 3  $\ell$  /분에서 정확한 유량으로 150 - 500  $\ell$  정도 시료를 채취한다.

## (나) 시료의 전처리

- ① 여과지를 펀셋을 이용하여 꺼낸 후 50 ml 비이커에 옮긴다.
- ② 증류수 1 ml를 넣고 여과지가 완전히 잠기도록 한다.
- ③ 다시 증류수 1 ml를 넣고 흔들어 준다
- ④ 여과지를 뒤집어 놓은 후 초음파 수욕조에서 15분간 추출한다.
- ⑤ 추출된 시료용액 1 ml을 취해 4 ml 바이얼에 넣는다.
- ⑥ 여기에 환원용액 1 ml를 넣는다.
- ⑦ 마개를 막고 착색될 때 까지 흔들어 주면서 최소한 1시간 이상 방치한다.

## (5) 분석과정

## (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.77 - 15.3  $\mu\text{g/ml}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도 수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ o-Tolidine의 일정량을 증류수 10 ml에 녹여 회수율 검정용 용액을 제조한다.
  - ㉡ 마이크로 실린지를 이용하여 일정량을 여과지에 첨가한 후 실온에서 건조시킨다.
  - ㉢ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉣ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.
 
$$\text{회수율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

## (나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 10  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 검출기 : UV, 280nm
  - ㉢ 이동상 : 60% methanol/40% Phosphate buffer
  - ㉣ 이동속도 : 1 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입하여 측정한다.

## (6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 시료에서 측정된 양 (μg)

B : 공시료에서 측정된 양 (μg)

### (7) 기타분석방법

흡광광도 분석법(클로라민 T법).<sup>3)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5013. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.213

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-041
---------

## 오르토프탈로디니트릴

1. 물질명 : 오르토프탈로디니트릴(o-Phthalodinitryl), 오르토타시아노벤젠(o-Dicyanobenzene)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	오르토프탈로디니트릴
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CN) <sub>2</sub>
CAS No.	91-15-6
분자량	128.13
비중(40 °C)	0.992
끓는점(°C)	265
증기압(mmHg, 20 °C)	-

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
오르토프탈로 디 니 트 릴	TWA	미 규 정		미 규 정		미 규 정	
	STEL/Ceiling(C)						

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법



KOSHA CODE

A - 1 - 2004

○ 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)

○ 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 활성탄관 (100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/분</p> <p>(4) 총량 : 20 ℓ</p> <p>2. 운반 :</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 활성탄관으로 채취하여 아세톤으로 추출한 후 GC-NPD를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : GC-NPD</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 방법 : 아세톤으로 추출</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 :</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 :</p>

\* 이 물질 분석방법의 경우 산업위생분야에서 쓰일 수 있도록 충분히 검증된 방법이 없는 상태임.

## 참고문헌

OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-042
---------

## 오산화 바나듐

1. 물질명 : 오산화바나듐(Vanadium pentoxide), 바나듐옥사이드(Vanadium oxide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	오산화바나듐
화학식	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
CAS No.	1314-62-1
분자량	181.88
비중( 25 ℃)	3.357
끓는점(℃)	1750
증기압(mmHg, 20 ℃)	0

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.05	-	0.05*** (A4)	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	0.5(C)*, 0.1(C)**

\* : 호흡성 분진, \*\* : 흡

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 여과지 (0.8-<math>\mu</math>m Cellulose ester membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1.5 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 오산화바나듐을 여과채취하여 원자흡광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : AAS-HGA(High temperature graphite atomizer)</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 방법 : 0.01 N NaOH 5 ml를 가한후 50 <math>^{\circ}</math>C 수욕조에서 15분간 가열</p> <p>(2) 효율: 0.943</p> <p>3. 검량선 : 0.5 - 7 <math>\mu</math>g/10 ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.060 - 0.29 mg/m<sup>3</sup></p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.067</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>6. 적용 : 바나듐산화물의 분석시 간편하며 천장값(Ceiling) 측정에 적합하나 바나듐 금속측정에는 부적합하며, 오산화바나듐과 오산화바나듐의 흡간의 구분 분석은안된다.</p> <p>7. 방해작용 : 특별히 알려진 것은 없음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 통과시켜 측정대상물질을 채취한 후 시료전처리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

를하여 원자흡광광도계(AAS-HGA)를 이용하여 정량한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : Cellulose ester membrane(CEM) filter (0.8- $\mu$ m pore size, 37 mm diameter), 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.5  $\ell$ /min 펌프
- (다) 원자흡광광도계 - HGA(High temperature graphite analyzer)
- (라) 바나듐 증공 음극램프
- (마) 수욕조(Water bath)
- (바) 초자기구

## (3). 시약

- (가) 증류수
- (나) 0.01 N, NaOH
- (다) 표준 저장용액 : 100  $\mu$ g  $V_2O_5$ /ml  
 $V_2O_5$  0.1 g을 0.01 N NaOH 용액에 녹여 1  $\ell$  가 되게 한다.
- (라) 표준용액 : 1.0  $\mu$ g  $V_2O_5$ /ml  
 다.의 용액을 0.01 N NaOH용액으로 희석하여 사용한다.(사용시 조제)

## (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 1.5  $\ell$ /분에서 정확한 유량으로 15분 동안 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취후 카세트를 마개로 막고 실험실로 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 채취된 필터를 50 ml 비이커에 옮기고 0.01 N NaOH 5 ml를 가해서 50  $^{\circ}$ C 수욕조에서 15 분간 가열하여 완전히 녹인다.
  - ② 녹인 용액을 냉각하여 10 ml 용량플라스크로 옮긴다.
  - ③ 비이커를 0.01 N NaOH 용액 1-2 ml로 반복 세척하여 합친 후 최종 용액량을 10

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

ml로 한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.5 - 7  $\mu\text{g}/10 \text{ ml}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율(RE)을 구한다.
  - ㉠ 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
  - ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일 한 막여과지에 각 수준별로 3개 씩 떨어뜨린다.
 

\* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
  - ㉢ 나.항의 시료제조과정과 동일하게 처리하여 시료를 제조하여 분석한 다음 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

(나) 분석

원자흡광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 하여 분석한다.

GF atomizer의 조건

- ① 건조 : 125  $^{\circ}\text{C}$ , 40초
- ② 회화 : 500  $^{\circ}\text{C}$ , 10초
- ③ 원자화 : 2700  $^{\circ}\text{C}$ , 20초
- ④ 중수소 램프사용
- ⑤ 파장 : 318.4 nm

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{W - B}{V}$$

C : 분석값(mg/m<sup>3</sup>)

W : 분석값(시료값, μg), B(공시료값, μg)

V : 공기부피(ℓ)

### (7) 기타분석방법

여과채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): S388. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7604. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-043
---------

## 요오드화메틸

1. 물질명 : 요오드화메틸(Methyl iodide), 요오드메탄(Iodomethane)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	요오드화메틸
화학식	CH <sub>3</sub> I
CAS No.	74-88-4
분자량	141.94
비중(25℃)	2.28
끓는점(℃)	42.5
증기압(mmHg, 25 ℃)	400

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	2(A2)	10(A2)	2	12	5	28
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>    최소- 15 ℓ (at 5 ppm)</p> <p>    최대- 50 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장     공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Toluene 1 ml를 넣고 8시간 방치</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 5 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 5 mg/시료</p> <p>(2) 정밀도 : 0.045(at 0.7 - 2.8mg/sample)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : - 1.7 - 17 ppm( 50 ℓ 공기채취)     - 높은습도는 시료과과를 촉진시킴</p> <p>7. 방해작용 : 확인된 것이 없음.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 Toluene으로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 3 m x 3.2 mm OD stainless steel, packed with Chromosorb 101



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 톨루엔(시약등급)
- (나) 요오드화메탄 : 시약 등급, 발암성 추정물질이므로 취급에 주의
- (다) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 15 - 50 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 하룻밤 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(시료당 0.01 - 5 mg 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
  - ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.

- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

##### ① 기기 조건

- ㉠ 주입량 : 5  $\mu\text{l}$
- ㉡ 운반가스 : 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 300  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 190  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$W_b$  : 시료 뒤 층의 양 (mg)  
 $B_f$  : 공시료 앞 층의 양 (mg)  
 $B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 (mg)  
 $V$  : 채취 공기량( $\ell$ )  
 $DE$  : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타 분석방법

- (가) 직접채취하여 G.C를 이용하는 방법<sup>3)</sup>
- (나) 검지관법, 흡광도법, 적외선법등<sup>4)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1014. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 ガイブシク , 特定化學物質, 金屬類關係 p.296.
4. 環境有害物の 測定と評價 下卷, 1980, p. 260.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-044
---------

## 이산화황

1. 물질명 : 이산화황(Sulfur dioxide), 아황산가스(Sulfurous oxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	이산화황
화학식	SO <sub>2</sub>
CAS No.	7446-09-5
분자량	64.06
비중(공기 = 1)	2.26
녹는점(℃)	-72.7
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	2	5	2(A4)	5.2(A4)	5	13
STEL/Ceiling(C)	5	10	5(A4)	13(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

4. 분석방법 : 분광광도계법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 임핀저 (미젯 임핀저, 0.04 M TCM 10 ml)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 - 2.5 l/min</p> <p>(4) 총량 : 0.5 - 30 µg/ml(흡수액)정도가 채취될 수 있도록 총량을 결정</p> <p>2. 운반 : 알루미늄 호일등으로 감싸 got빛을 차단한 후 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음 (냉장보관 필요)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 분광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계</p> <p>2. 발색</p> <p>(1) 방법 : Pararosaniline 법</p> <p>(2) 효율: 0.98</p> <p>3. 검량선 : 0 - 35 µg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 :</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 ppm(at 30 l 공기)</p> <p>6. 적용 : 10 ppb - 수 ppm</p> <p>7. 방해작용 : 질소산화물(sulfamic acid 첨가), 오존(시간경과하도록 방치), 전이금속(EDTA와 인산첨가)</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 들어있는 미젯 임핀저를 통과시켜 공기중의 이산화황을 흡수시킨 다음 분광광도계를 이용하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 채취기 : 임핀저
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 2.5 ℓ/min 펌프
- (다) 분광광도계
- (라) 뷰렛
- (마) 용량플라스크 : 10 ml
- (바) 피펫

(3) 시약

(가) 채취액 : 0.04 M TCM(Potassium tetrachloromercurate,  $K_2HgCl_4$ )  
 Mercuric chloride 10.86 g, potassium chloride 5.96 g, EDTA 0.066 g을 증류수에 넣고 1ℓ로 맞춘다.(potassium chloride 대신 sodium chloride 4.68g을 사용해도 되며 이 흡수액은 6개월정도 안정하나 침전물이 생기면 버린다.) pH는 4±1로 맞춘다.

\* 주의 : 독성이 강하므로 피부에 닿으면 즉시 물로 씻을 것.

- (나) 0.6% Sulfamic acid  
 0.6 g의 sulfamic acid를 증류수로 녹여 100 ml가 되게 한다.(사용시마다 조제)
- (다) 완충용액(pH 4.7)  
 sodium acetate trihydrate 13.61 g에 증류수를 넣어 녹인 다음 glacial acetic acid 5.7 ml를 넣고 다시 증류수를 넣어 100 ml가 되게 한다.
- (라) 1.0 N 염산용액  
 36% 염산 83 ml를 취해 증류수를 가하여 1ℓ로 희석한다.
- (마) 3M 인산용액  
 85% 인산 205 ml를 취해 증류수를 가하여 1ℓ로 희석한다.
- (바) 부탄올  
 파라로자닐린 시약을 정제하는데 1-부탄올이 필요하다. 이때 부탄올이 아황산가스를 소모시킬 수 있는 산화제가 포함되어 있는지 검사해야한다. 이는 부탄올 20 ml 에 20% KI수용액 5 ml를 넣고 흔들어 보면 알 수 있다. 만일 알코올 층에 노란색이 있으면 산화제가 있는것이므로 silver oxide로 재증류해야 한다.

(사) 정제된 파라로자닐린 용액 0.2%(명목상) 저장용액 조제

- ① 정제절차  
 파라로자닐린시약(pararosanilin hydrochloride, PRA)은 불순물을 1-부탄올 층으로 추출함으로써 정제할 수 있다.
- ㉞ 250 ml 크기의 분액깔대기에 1-부탄올과 1N 염산 100 ml을 각각 넣고 흔든

다음 방치하여 두층이 분리되면 이를 따로따로 받아둔다.

- ㉠ PRA 0.1 g을 위의 용액중 부탄올로 포화된 염산 용액 50 ml에 넣고 몇분정도 방치한다.
  - ㉡ 125 ml 크기의 분액 깔대기에 ㉠에서 제조한 염산으로 포화된 부탄올 용액 50 ml을 넣고 ㉡에서 조제한 용액을 넣으면 자주색의 불순물이 유기층(부탄올층)으로 뜨게된다.
  - ㉢ 아래층의 용액을 다른 분액 깔대기에 넣고 다시 20 ml의 1-부탄올로 추출한다. 이과정을 10 ml의 1-부탄올로 3회 더 실시한다. (이렇게 5회정도 추출을 실시하는데도 자주색의 불순물이 계속 나오면 이 시약은 사용할 수가 없다.)
  - ㉣ 마지막 정제 추출후 수용액 층을 유리섬유로 여과한 용액에 1 N 염산을 가하여 50 ml로 맞추면 된다.(용액의 색깔은 노란색을 띠 붉은색이 된다)
- ② 1.0 M sodium acetate - acetic acid buffer  
Glacial acetic acid 57.3 ml와 무수 sodium acetate 136 g을 증류수에 넣어 녹인 후 증류수로 1 l의 부피로 맞춘다.
- ③ 정량절차 : PRA의 참농도 결정
- ㉤ 에서 정제한 저장용액 1 ml를 증류수를 이용하여 100 ml로 희석한다.
  - ㉥ 이중 5 ml를 취해 50 ml의 용량플라스크에 넣고 2)에서 조제한 완충용액 5 ml를 넣은 후 증류수로 50 ml를 맞춘다.
  - ㉦ 1시간 후에 분광광도계를 이용하여 540 nm에서 흡수도를 측정하여 아래식에 의해 PRA의 명목상 농도에 대한 백분율을 구한다.

$$\% \text{ PRA} = \frac{\text{Absorbance} \times K}{\text{grams taken}}$$

K=21.3( 1-cm cell, 0.04mm slit width 인 경우)

- ④ 파라로자닐린 시약
- ㉧ 250 ml의 용량플라스크에 정제된 파라로자닐린 용액 0.2%(명목상) 저장용액 20 ml를 넣는다. 만일 정제시 100% 이하이면 매 % 마다 0.2 ml씩 더 첨가한다.
  - ㉨ 3M 인산용액 25 ml을 넣고 증류수로 250 ml를 맞춘다(548 nm에서 측정시 사용, 민감도가 높아 널리 사용됨, 약 9개월간 안정)
  - ㉩ ①의 용액에 3M 인산용액 200 ml를 넣고 증류수로 부피를 250 ml로 만든다.(575 nm에서 측정시 사용, 민감도는 낮으나 공시료값이 낮게 나와 값싼 분광광도계를 사용하는 경우 적합, 조제용액은 약 9개월간 안정)

- ⑤ 0.2% 포름알데히드 : 37%의 포름알데히드 5 ml를 취해 증류수로 1ℓ로 맞추면 되는데 사용할 때마다 조제해야한다.
- ⑥ 표준화에 필요한 시약
- ㉠ 0.1N 요오드 저장용액(Iodide stock solution)  
250 ml 비이커에 12.7 g의 요오드와 40 g의 요오드화칼륨(potassium iodide) 40g을 넣고 증류수 25 ml로 녹인 다음 증류수를 가해 1ℓ로 맞춘다.(표준화된 0.1 N 시약을 구입할 수도 있다.)
- ㉡ 0.01 N 실제사용 요오드용액(working iodide solution)  
1)에서 조제한 용액 50 ml에 증류수를 더해 500 ml로 만든다.
- ㉢ 전분 지시용액
- (가) 0.4 g의 수용성 전분과 0.002 g의 mercuric iodide(보존제)를 소량의 물에 넣어 반죽한다.  
(나) 이 반죽을 끓는물 200 ml에 천천히 넣은 후 투명해 질 때 까지 계속 끓인다.  
(다) 투명해지면 냉각시켜 마개가 있는 유리병에 옮긴다.
- (4) 0.1 N 표준 sodium thiosulfate 용액
- (가) 25 g의 sodium thiosulfate( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )를 새로 끓여서 식힌 증류수에 넣고 0.1 g의 sodium carbonate 넣어 녹인 후 1ℓ로 맞춘다.  
(나) 표준화하기 전에 1시간 정도 방치한다.  
(다) 180 ℃에서 건조시킨 potassium iodate 일급시약 1.5 g을 정확히 달아 증류수를 가하여 500 ml로 맞춘다.  
(라) 마개가 있는 용량플라스크에 ③에서 제조한 용액 50 ml를 첨가한 후 2 g의 potassium iodide와 진한 염산을 1:10으로 희석 시킨 것 10 ml을 첨가하고 마개를 한다.  
(마) 5분 후에 ②의 용액이 옅은 노랑이 나올 때 까지 적정한 후 5 ml의 전분지시액을 넣고 적정을 완료한다.

$$\text{Thiosulfate의 노말 농도} = \frac{\text{Wt. (grams KIO}_3\text{)} \times 2.804}{\text{ml of thiosulfate}}$$

\* 이미 표준화된 sodium thiosulfate 용액을 구입해도 된다.

(5) 표준 sulfite 용액

- (가) 0.400 g의 sodium sulfite( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )나 0.300 g의 sodium metabisulfite( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )를 증류수를 끓인 후 식힌 500 ml에 넣는다. 이때 시약의 순도가 100%이고 용



액 제조시 sulfite의 손실이 없다면 용액의 SO<sub>2</sub>함량은 SO<sub>2</sub>로써 각각 406 μg/ml (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 404 μg/ml(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)이 된다. 그러나 실제로 SO<sub>2</sub>의 함량은 이온치보다 0 - 10% 정도 낮아지게 된다. 이 정도의 불확실성을 감수 한다면 이 sulfite 용액을 표준화 하지 않아도 된다.

(나) 표준화 과정 : 역적정

- 두 개의 500 ml 크기의 유리마개가 있는 Erlenmyer 플라스크에 0.01N iodine 50 ml를 정확히 취한다.
- 한 개의 플라스크(A, blank)에는 25 ml의 증류수를 넣고 다른 플라스크(B, 시료)에는 ①에서 조제한 25 ml의 표준 sulfite 용액에 넣는다.
- 마개를 닫고 반응이 일어 나도록 5분정도 방치한다.
- 0.01 N의 표준 thiosulfate용액이 들어 있는 뷰렛을 사용하여 연노랑색이 될때 까지 각 플라스크를 적정한다.
- 그 다음 전분 지시약 5 ml를 넣고 청색이 없어질 때 까지 적정한다.
- 표준용액에 들어 있는 SO<sub>2</sub>의 농도는 다음 식에 의해 계산한다.

$$SO_2, \mu g/ml = \frac{(A - B) \cdot N \cdot K}{V}$$

A : blank를 적정한 ml수

B : 시료를 적정한 ml수

N : Thiosulfate용액의 노르말 농도

K : SO<sub>2</sub>에 대한 micro-equivalent weight, 32,000

V : 시료의 부피, ml

(다) 희석된 sulfite 용액 : 위에서 적정한 sulfite 용액을 적정 직후 2 ml 취해 0.04 M TCM 용액으로 100 ml로 마춘다.(이 용액은 5℃에서 약 30일 정도 안정하다.)

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 미드젯 임핀저에 0.04M TCM을 10ml(장시간 시료채취시 20 ml)을 넣고 시료를 채취한다.( 흡수액이 펌프로 유입될 우려가 있는 경우 임핀저 펌프사이에 유리섬유로 만들어진 트랩이나 흡수액을 넣지 않은 임핀저를 추가로

설치한다.)

- ③ 0.5 - 2.5 l /분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다. 시료채취 시간의 결정은 흡수액 1 ml당 SO<sub>2</sub>양이 0.5 - 30 μg정도 되도록 결정한다.
- ④ 시료 채취도중 및 시료 채취가 끝나면 흡수액이 햇볕에 노출되지 않도록 알루미늄 호일 등으로 감싸야 한다. 채취 후 하루이상 저장시는 5 °C에서 저장해야 한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 시료 채취 후 침전물이 있으면 원심분리로 이를 제거한다.
- ② 시료채취 후 25 ml 용량 플라스크에 정량적으로 채취액을 넣는다. 약 5 ml의 증류수로 임핀저를 닦아 같이 넣는다. 만일 농도가 너무 높거나 채취액이 많으면 일부분만 넣는다.
- ③ 금방 채취한 시료는 오존을 파괴 하기 위해 약 20 분 동안 방치한다. 이때 공시료도 준비 하여 같이 처리 한다.
- ④ 0.2% 포름알데히드 용액 2 ml를 넣고 5 ml의 파라로자닐린 시약을 넣는다.
- ⑤ 끓였다 식힌 증류수로 25 ml의 부피를 맞춘다음 정확히 30 분 후에 548 nm에서 흡수도를 측정한다.(만일 흡수도가 1.0 -2.0사이에 있으면 공시약으로 1:1로 희석하여 수분내에 측정한다)

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 5)-③에서 조제한 희석된 sulfite 용액을 0, 1, 2, 3, 4, 5 ml씩 25 ml 용량 플라스크에 단계별로 넣은 후 0.04 M TCM 용액으로 10 ml로 맞춘다
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.(정밀도를 높이려면 온도를 일정하게 유지하는 수조를 사용하면 좋다.)
- ③ 용액의 흡수도와 SO<sub>2</sub>의 μg사이에 검량선을 그리면 직선관계가 그려진다. 이때 y 절편은 공시료에 해당하는 것으로 0.02 흡수단위 이내에 있어야 좋다.

#### (나) 분석

분광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

\* 기기 조건

-측정 파장 : 548nm

### (6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$\text{ppm} = \frac{(A - A_0)0.382B}{V}$$

A : 시료의 흡수도

A<sub>0</sub> : 공시료의 흡수도

0.0382 : 25℃, 1기압에서 SO<sub>2</sub> 1μg이 차지하는 부피(μℓ)

B : calibration factor, μg/흡수단위

V : 25℃로 보정한 채취 공기량(ℓ)

#### (7) 기타분석방법

여과채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>3)</sup>

#### 참고문헌

1. APHA : Methods of Air Sampling and Analysis, 2nd Ed, No. 704
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6004. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-045
---------

## 이황화탄소

1. 물질명 : 이황화탄소(Carbon disulfide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	이황화탄소
화학식	CS <sub>2</sub>
CAS No.	75-15-0
분자량	76.13
비중(20℃)	1.263
끓는점(℃)	46.5
증기압(mmHg, 20 ℃)	300

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	30	10	31	20	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	30(C)	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 08; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 고체채취  (2) 기구 및 채취제 :  Drying 튜브+흡착튜브  (Sodium sulfate 270 mg, Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)  (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min  (4) 총량 :  최소- 2 ℓ (at 10 ppm)  최대- 25 ℓ</p> <p>2. 운반 : 냉장운반, 시료오염에 주의</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25℃에서 1주일,  0℃에서 6주</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장  공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후  FPD 로 검출  (2) 기기 : FPD 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : Toluene 1 ml를 넣고 30분간  방치  (2) 효율 : 86%</p> <p>3. 검량선 : 0.02 - 0.5 mg/ml</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 0.05 - 0.5 mg/시료  (2) 정 밀 도 : 0.052(at 0.28-1.1mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 3 - 64 ppm( 5 ℓ 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 습도의 영향을 크게 받기 때  문에 drying tube를 사용하여 필히 시료채  취시 수분을 제거해야 한다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 Toluene으로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : Drying 튜브 + 흡착튜브 (sodium sulfate 270mg, Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector : FPD
- (라) Column : glass, 2m x 6-mm OD, 5% OV-17 on 80/100 mesh GasChrom Q
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : Toluene, 톨루엔은 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) 이황화탄소 : 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (다) 표준원액 제조(0.0253 mg/ $\mu$ l) : 이황화탄소 0.253 g(25 °C에서 0.200 ml)을 톨루엔에 넣어 10 ml가 되게 한다.
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 Drying 튜브와 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 Drying 튜브와 흡착 튜브의 앞단을 PTFE 튜브로 연결한 후 유연성 튜브를 이용하여 흡착튜브 뒷단과 펌프를 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 2 - 25 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 Drying 튜브와 흡착튜브의 양 끝을 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 냉장(0°C)운반한다.-흡착튜브의 뒤 층으로의 이황화탄소 이동을 막기 위함.
- (나) 시료의 전처리
  - ① Drying 튜브와 흡착튜브를 분리한 후 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유 와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

\*주의 : 이황화탄소의 오염이 쉽기 때문에 실험을 하는곳 주위에 이황화탄소용액이 있으면 절대로 안된다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.02 - 0.5 mg/ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

\* 시료당 이황화탄소 양이 0.1 mg 미만이면 탈착효율이 낮고 그 변이도 심하다.

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 20 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 150  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 145  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 30  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아 보면 된다.

5.3.1 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1600. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-046
---------

## 일산화탄소

1. 물질명 : 일산화탄소(Carbon monoxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	일산화탄소
화학식	CO
CAS No.	630-08-0
분자량	28.00
비중(20 ℃)	0.968
끓는점(℃)	-192
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	55	25	29	50	55
STEL/Ceiling(C)	400	440	-	-	-	-

4. 분석방법 : 적외선분광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 직접채취 (2) 기구 및 채취제 : 테드라 백(5 ℓ) (3) 시료채취 유량 : (4) 총량 : 5 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 :	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 테드라백에 직접 채취하여 10 meter pathlength 가스셀에 넣어 적외선 분광광도계로 분석 (2) 기기 : IR  2. 전처리  3. 검량선 :  4. 정 도 : 범 위 : 10 - 500 ppm 정밀도 : ± 10%

### (1) 원리

5ℓ 정도의 공기를 테드라백등에 채취하여 10 미터 path-length 가스셀에 넣어 적외선 분광광도계로 분석한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 테드라백( 5 ℓ 이상)
- (나) 진공펌프 : 기름기 제거를 위해 출구에 필터장치를 한다.
- (다) 적외선 분광광도계
- (라) 10 미터 path-length 가스 셀(gas cell)
- (마) 가스타이트 실린지 : 100, 500, 1000 μℓ
- (바) 가스탱크 조절기, 연결물과 회석가스, CO, 시료 등을 빨아들이기 위한 바늘밸브 (needle valve)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(3) 시약**

- (가) 염화칼슘
- (나) 일산화탄소
- (다) 건조 질소 탱크 또는 일산화탄소가 없는 공기(Hopcalite absorbtion trap을 사용하여 만들 수 있다)

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 테드라백의 밸브를 열거나, 시료채취 펌프를 사용하여 채취한다.
- (나) 시료채취 후 백을 밀봉하여 운반한다.(채취된 시료들의 압력이 저하되면 누설된 것으로 간주한다.)

**(5) 분석과정**

- (가) 10 미터 path-length 가스셀은 T 자 연결관을 사용하여 압력계와 연결한다.
- (나) 테드라백안의 공기는 염화칼슘을 거쳐 가스셀로 들어가게 되며 가스셀의 압력이 1.0 mmHg 에 도달하면 배출된다.
- (다) 가스의 안정을 위하여 분석하기전 15분동안 기다린다.
- (라) 스펙트럼을 4-6  $\mu(2,500 - 1,670 \text{ cm}^{-1})$  로 스캔하고 4.67 $\mu(2,143 \text{ cm}^{-1})$ 에서 흡수도를 측정한다.

**(마) 검량선**

10 미터 가스셀의 부피는 표준방법에 의해 결정한다. 가장 간단한 방법을 소개하면 다음과 같다.

- ① 가스셀의 공기를 다 뺀 다음 보정된 습식 유량보정기(Wet-test meter)를 통해 공기를 대기압과 같게 가스셀로 넣는다. 이 때 들어간 공기의 부피는 유량보정기에 나타난 눈금이 된다.
- ② 부피가 확인 되면 가스셀안의 공기를 다시 다 빼고 가스타이트 실린지를 이용하여 알고 있는 부피의 일산화탄소를 가스셀의 입구에 부착된 고무마개를 통하여 주입한 후 가스셀 안의 공기압력이 대기압과 같이 되도록 일산화탄소가 없는 공기를 주입한다.
- ③ 흡수도를 4.67 $\mu(2,143 \text{ cm}^{-1})$ 에서 측정한다. (1.0 ml의 일산화탄소를 3.85 L의 가스셀에 넣었다면 이때의 일산화탄소 농도는 260 ppm이 된다. 즉 260 ppm의 일산화탄소의 흡수도를 측정하는 것이다)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

④ 이러한 식으로 측정하고자 하는 시료의 농도가 포함될 수 있도록 검량선을 작성한다.

## (6) 농도계산

(가) 검량선의 농도 계산은 다음 식에 의하여 농도(ppm)대 흡수도로 검량선을 작성한다.

$$C = \frac{\text{Volume of CO added}(\mu\text{l})}{\text{Volume of IR cell(L)}}$$

C : 각 표준가스에 해당하는 농도(ppm)

(나) 채취한 시료를 분석하여 가.에서 구한 검량선으로 농도를 계산한다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): P&CAM 112. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-047
---------

## 중크롬산과 그화합물

1. 물질명 : 중크롬산(Dichromic acid), 중크롬산칼륨(Potassium dichromate(VI))

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	중크롬산
화학식	$K_2Cr_2O_7$
CAS No.	7778-50-9
분자량	294.2
비중( 25 °C)	2.68
끓는점(°C)	500
증기압(mmHg, 20 °C)	-

### 3. 노출기준(Cr,VI)

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.05(A1)	-	0.05(A1)	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	C0.1 (as CrO <sub>3</sub> )

### 4. 분석방법 : 분광광도계법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취            (1) 방법 : 여과채취            (2) 기구 및 채취제 : 여과지            (5.0-<math>\mu\text{m}</math> PVC membrane)            (3) 시료채취 유량 : 1 - 4 <math>\ell/\text{min}</math>            (4) 총량 :                최소 - 8 <math>\ell</math> (at 0.025 <math>\text{mg}/\text{m}^3</math>)                최대 - 400 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 시료채취 후 2주이내에 분석</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장            공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기            (1) 원리 : 6가 크롬을 측정대상으로            하여 분광광도계로 분석            (2) 기기 : 분광광도계</p> <p>2. 추출            (1) 방법 : 0.5 N <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> or 2% <math>\text{NaOH}</math>            - 3% <math>\text{Na}_2\text{CO}_3</math>            (2) 효율: 0.945</p> <p>3. 검량선 : 0 - 7 <math>\mu\text{g}</math> <math>\text{Cr(VI)}/\text{시료}</math></p> <p>4. 정 도 :            (1) 범 위 : 0.5 - 10 <math>\mu\text{g}/\text{m}^3</math>            (2) 정 밀 도 : 0.02 - 0.04</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 <math>\mu\text{g}/\text{시료}</math></p> <p>6. 적용 : 0.001 - 5 <math>\text{mg}/\text{m}^3</math>(200<math>\ell</math> 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 철, 구리, 바나듐등이 방해작용을 하는데 이러한 환원제에 대한 방해작용은 알카리 추출법에 의해 최소화 시킬 수 있다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 통과시켜 측정대상물질을 채취한 후 시료전처리를 하여  $\text{CrO}_4^{2-}$ -디페닐카바자이드 유도체를 만들어 분광광도계를 이용하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : polyvinyl chloride(PVC) filter(5.0- $\mu\text{m}$  pore size, 37 mm diameter), 카세트홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4  $\ell/\text{min}$  펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) 분광광도계
  - (라) 바이엘 : 20 ml, PTFE-lined screw cap
  - (마) 진공여과기 및 여과장치(Buchner funnel)
  - (바) 비이커 : 50 ml
  - (사) 유리덮개
  - (아) 용량플라스크 : 25, 100, 1000 ml
  - (자) 열판
  - (차) 마이크로피펫 : 10  $\mu$ l - 1 ml
  - (카) 원심분리관 : 40 ml, 플라스틱마개가 있는 원추형관
  - (타) 피펫
- \* 사용할 모든 유리기구는 1:1 HNO<sub>3</sub>로 세척하여 사용한다.

### (3) 시약

- (가) 황산 : 98%(w/w)
- (나) 6 N, 황산  
진황산 167 ml를 증류수에 넣어 최종 부피가 1 l 가 되게 한다.
- (다) Sodium carbonate, anhydrous
- (라) Sodium hydroxide
- (마) potassium chromate
- (바) Diphenylcarbazide 용액  
sym-diphenylcarbazide 500 mg을 아세톤과 물이 각각 100 ml씩 들어있는 용액에 넣어 녹인다.
- (사) Cr(VI) 표준용액, 1000  $\mu$ g/ml  
K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 3.735 g을 증류수에 넣어 1 l 가 되게하여 만들거나 상품화된 것 구입.
- (아) 검량선 작성 표준용액, 10  $\mu$ g/ml  
표준용액을 증류수로 1:100 희석하여 사용
- (자) 여과지 추출용액, 2% NaOH-3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>  
NaOH 20 g과 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 30 g을 증류수로 녹여 1 l 가 되게 한다.
- (차) 질소가스

### (4) 채취 및 처리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 1 - 4ℓ/분에서 정확한 유량으로 8 - 400 ℓ 정도 시료를 채취한다. (필터에 먼지가 1 mg이상 채취되지 않도록 한다)
- ④ 시료채취후 1시간 이내에 카세트로부터 필터를 플라스틱 핀셋을 사용하여 꺼낸 다음 바이엘에 담는다. 패드는 버린다.

(나) 시료의 전처리

수용성 6가크롬화합물과 비수용성 6가크롬화합물, Fe, Fe<sup>2+</sup> 같은 환원물질 존재하의 6가 크롬화합물의 전처리 방법이 다르다.

- ① 수용성 6가크롬화합물의 전처리
  - ㉠ 바이엘로부터 시료와 공시료 필터를 꺼낸다음 접어서 원심분리관에 넣는다.
  - ㉡ 0.5 N 황산 6 - 7 ml를 바이엘에 넣은 후 마개를 막고 힘차게 흔들어서 필터의 모든 표면이 씻겨지도록 한다. 5 - 10 분정도 방치한다.
  - ㉢ 플라스틱 핀셋을 사용하여 필터를 꺼낸 다음 0.5 N 황산 1 - 2ml로 필터표면을 조심스럽게 씻어내 시료용액과 합친다음 필터는 버린다.
  - ㉣ Buchner funnel에 PVC 필터를 장착한 후 (3)에서 만든 용액을 여과 시킨다. 0.5N 황산 용액 2 - 3 ml를 시료를 담았던 병에 넣어 행군다음 여과장치에 넣는 마지막으로 0.5 N 황산 5 - 8 ml를 다시 여과장치에 넣어 funnel등을 세척한다. 여과액을 원심분리관에 모은다.
  - ㉤ Diphenylcarbazide 용액 0.5 ml를 원심분리관에 첨가한다. 0.5 N 황산용액을 첨가하여 최종 부피를 25 ml 가 되게한 후 힘차게 흔들어서 발색을 시킨다(최소한 2분정도 소요되나 40분은 넘지 않는다) 발색 시킨지 40분 이내에 분석을 완료해야 한다.
- ② 비수용성 6가 크롬화합물과 철등 다른 환원제 존재시의 6가 크롬화합물의 전처리
  - \* Cr(III)이 상당량 시료에 존재한다고 판단될 때에는 다음의 시료 전처리를 하기 전에 5분 동안 질소로 버블링 시켜 시료 용액중의 가스를 제거한다.
  - ㉠ 바이엘로부터 시료와 공시료 필터를 꺼낸다음 50 ml 비이커에 넣고 추출용액 2% NaOH-3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>를 5.0 ml를 첨가한다. 추출시 Cr(III)의 산화를 막기 위해 시료용액 표면을 질소가스로 퍼징한다.
  - ㉡ 유리덮개로 비이커를 덮고 가끔 저으면서 30 - 45분 동안 끓는점 가까이 까지 가열한다. 시료용액을 결코 끓여서는 안되며 45분 이상 가열하여서도 안 된다. 시료용액을 건조시키기 위해 증발시켜서도 안 된다.(6가 크롬이 PVC 필터와 반응하



여 소실됨, 6가크롬이 PVC 필터와 반응시 필터의 색이 갈색으로 변함)

- ㉔ 용액을 식힌 다음 정량적으로 25ml용알 플라스크에 옮긴 후 증류수를 가하여 20ml 정도로 맞춘다. (식힌 용액이 걸쭉하면 진공여과 펌프를 사용하여 여과 시킬 수도 있다)
- ㉕ 6 N 황산 용액 1.90 ml를 첨가하여 혼합 한다  
혼합시 이산화탄소가 발생하여 플라스크내의 압력이 차게 되므로 이산화탄소 발생이 끝날 때 까지 수분동안 시료 용액을 방치해 둔다.
- ㉖ Diphenylcarbazide 용액 0.5 ml를 원심 분리관에 첨가한 후 증류수를 넣어 표선까지 맞춘 다음 힘차게 흔든다. 흔드는 과정 중에 가끔 마개를 열고 이산화탄소를 제거한 후 다시 마개를 막고 흔든다.( 용액을 절반정도 나누어서 흔드는 방법도 있다)
- ㉗ 일정량을 취해 분석한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 0.5 N 황산용액을 6 - 7 ml를 취해 25 ml 용량플라스크 6개를 준비하여 각각 넣는다. 검량선 작성용 표준용액을 0 - 0.7 ml를 각각 용량플라스크에 넣는다. Diphenylcarbazide 용액 0.5 ml를 각각 용량플라스크에 넣고 0.5 N 황산용액으로표선을 맞춘다.(0 - 7  $\mu\text{g}$  Cr(VI)/시료 해당함)
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

분광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 하여 분석한다.

-파장 : 540nm

\* 1.5  $\mu\text{g}$  Cr(VI)/25 ml 시의 흡수도는 대략 0.2 정도됨.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V}$$

C : 분석값( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

W : 분석값(시료값,  $\mu\text{g}$ ), B(공시료값,  $\mu\text{g}$ )

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

V : 공기부피( $\ell$ )

### (7) 기타분석방법

여과채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7600. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7604. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-048
---------

## 초산메틸, 초산에틸

1. 물질명 : 메틸아세테이트(Methyl acetate, 초산메틸), 에틸아세테이트(Ethyl acetate, 초산에틸)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	초산메틸	초산에틸
화학식	CH <sub>3</sub> COOCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
CAS No.	79-20-9	141-78-6
분자량	74.08	88.10
비중(25℃)	0.924	0.895
끓는점(℃)	54.05	77
증기압(mmHg, 20 ℃)	173	73

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
초산메틸	TWA	200	610	200	606	200	610
	STEL/Ceiling(C)	250	760	250	757	-	-
초산에틸	TWA	400	1400	400	1440	400	1400
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.02 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 0.1 l (at 200 ppm) 최대- 10 l</p> <p>2. 운반 : 냉장운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 5 °C에서 6일</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율: 0.91 - 0.98</p> <p>3. 검량선 : 2 - 2000 µg/시료(초산메틸) 8 - 1000 µg/시료(초산에틸)</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 7 - 1000 µg/시료(초산메틸) 1.5 - 1000 µg/시료(초산에틸)</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>0.036(at 20-876 µg/sample, 초산메틸) 0.019(at 40.5-810 µg/sample, 초산에틸)</p> <p>5. 검출한계 : 2 µg/시료(초산메틸), 0.5 µg/시료(초산에틸)</p> <p>6. 적용 :</p> <p>초산메틸: 0.3- 1330 ppm( 7 l 공기채취) 초산에틸: 0.07 - 790 ppm( 6 l 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 머무름시간(Retention time) 이 같은 물질은 방해작용을 할 수 있음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : DB-Wax, 30 m, 0.32-mm ID, 1- $\mu$ m film thickness
- (마) 시료운반용 아이스 박스
- (바) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (사) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ ℓ
- (아) 용량플라스크 : 10 ml
- (자) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함  
내부표준물질 : 0.1%(v/v) Decane
- (나) 초산메틸, 초산에틸 : 시약 등급
- (다) 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 0.1 - 10 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유 와 우레탄 폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(초산메틸: 2-2000  $\mu\text{g}/\text{시료}$ , 초산에틸: 8 - 1000  $\mu\text{g}/\text{시료}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다.  
이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 1 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 300  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 35  $^{\circ}\text{C}$ , 2 min; 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  to 150  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타 분석방법

활성탄관에 채취하여 G.C를 이용하는 방법<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1457. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-049
---------

## 초산이소프로필

1. 물질명 : 초산이소프로필(Isopropyl acetate)

2. 물리·화학적 특성

구 분	초산이소프로필
화학식	CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
CAS No.	108-21-4
분자량	102.13
비중(25℃)	0.872
끓는점(℃)	90
증기압(mmHg, 20 ℃)	43

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	250	950	100	418	250	950
STEL/Ceiling(C)	310	1185	200	836	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 고체채취  (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브  (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)  (3) 시료채취 유량 : 0.02 - 0.2 ℓ/min  (4) 총량 :  최소- 0.1 ℓ (at 250 ppm)  최대- 9 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장  공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후  FID로 검출  (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치  (2) 효율 : 96%</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 15 mg/ml</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 0.05 - 15 mg/시료  (2) 정 밀 도 : 0.007(at 3.6- 15 mg/sample)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 1.5 - 450 ppm( 8 ℓ 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : 10 ft x 1/8-inch stainless steel, packed with 5% FFAP on 100/120 Supelcoport
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함  
내부표준물질- 0.1% undecane, 또는 0.1% p-cymene
- (나) 초산이소프로필 : 시약 등급
- (다) 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 0.1 - 9 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유 와 우레탄 폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(0.01 - 15 mg /ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의

표준물질로 검량선을 작성한다.

- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 60  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1454. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-050
---------

## 케 톤

1. 물질명 : 디이소부틸케톤(Diisobutylketone), 메틸부틸케톤(Methylbutylketone), 메틸이소부틸케톤(Methylisobutylketone), 시클로헥사논(Cyclohexanone), 아세톤(Acetone)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	디이소부틸케톤	메틸부틸케톤	메틸이소부틸케톤	시클로헥사논	아세톤
화학식	$((\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2)_2\text{CO}$	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COCH}_3$	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	$\text{CH}_3\text{COCH}_3$
CAS No.	108-83-8	591-78-6	108-10-1	108-94-1	67-64-1
분자량	142.24	100.16	100.16	98.15	58.08
비중(20 °C)	0.847	0.812	0.800	0.947	0.791
끓는점(°C)	169	127	117	155	56
증기압(mmHg, 20 °C)	1.7	3	15	2	266

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### 3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
다이소부틸케톤	TWA	25	150	25	145	50	290
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
메틸부틸케톤	TWA	5	20	5	20	100	410
	STEL/Ceiling(C)	-	-	10	40	-	-
메틸이소부틸케톤	TWA	50	205	50	205	100	410
	STEL/Ceiling(C)	75	300	75	307	-	-
시클로헥사논	TWA	25	100	20(A3)	50(A3)	50	200
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
아세톤	TWA	750	1780	500(A4)	1188(A4)	1000	2400
	STEL/Ceiling(C)	1000	2375	750(A4)	1782(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 4(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01-0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 아세톤                    그외물질</p> <p style="padding-left: 40px;">최소- 0.5 ℓ                    1 ℓ</p> <p style="padding-left: 40px;">최대- 3 ℓ                        10 ℓ</p> <p>2. 운반 : 메틸이소부틸케톤은 필히 냉장 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장               공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후               FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법: CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율: 0.82 - 0.91</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10ℓ 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.06 - 10 mg/m<sup>3</sup></p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3.5 m x 6-mm ID, packed with 10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP 또는 이와 동등 이상의 칼럼
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) 내부표준물질 : 분석 하고자 하는 물질종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 아세톤의 경우 0.5 - 3 l 정도, 다른물질의 경우 1 - 10 l 정도 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정



(가). 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도( 시료당 0.02 - 10 mg 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 50 - 170  $^{\circ}$ C, 10  $^{\circ}$ C/min

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1300. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-051
---------

## 콜타르 및 COE

1. 물질명 : 콜타르 및 COE(Coal tar pitch volatiles and coke oven emissions)

2. 물리·화학적 특성

구 분	콜타르
화학식	-
CAS No.	8007-45-2
분자량	-
비중(20℃)	1.18 -1.23
끓는점(℃)	205
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.2(A1)	-	0.2(A1)	-	0.2
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

\* COE 노출기준 : 0.15 mg/m<sup>3</sup>(OSHA), Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1029)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 중량분석법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : PTFE membrane filter (2 μm pore size, 37 mm)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 4 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 500 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 2,400 ℓ</p> <p>2. 운반 : 알루미늄 호일등으로 감싸 햇빛 을 차단하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지 않음.</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 벤젠, cyclohexane등의 용매로 추출한 후 정밀저울로 정량</p> <p>(2) 기기 : 정밀저울</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 벤젠 또는 cyclohexane 5 ml를 넣고 20분간 초음파처리</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.1 - 2 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.02(at 1.35 mg)</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 mg/시료</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 PTFE 필터로 채취하여 벤젠이나 cyclohexane등의 용매로 추출한 후 그 잔유물을 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : PTFE membrane filter(2 μm pore size, 37 mm diameter), 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) 화학 정밀저울 : 1 μg 까지 측정할 수 있는 것

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) 저울용 챔버 : 온도(20 °C±0.3 °C), 상대습도(50% ±5%)
- (마) 진공오븐(Vacuum oven) : 최대의 감도, 재현성, 정확도를 유지하기 위해 진공오븐의 내부는 먼지가 있으면 안된다.
- (바) 핀셋
- (사) 시험관 : 13 mm x 100 mm, PTFE lined screw cap
- (아) 여과지 : 0.5- $\mu$ m
- (자) 피펫 : 1, 5 ml
- \* 모든 초자기구는 증류수, 아세톤, 헥산으로 씻고 헹구어 건조시켜 사용한다.

### (3) 시약

- (가) 용매 : 벤젠, cyclohexane
- (나) Dichromic acid cleaning solution
- (다) Acetone
- (라) Hexane

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 시료채취기와 펌프를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 1 - 4 $\ell$ /분에서 정확한 유량으로 500 - 2,400 $\ell$  정도 시료를 채취한다. 총 분진의 양이 2 mg을 초과하지 않도록 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 카세트를 마개로 막고 알루미늄 호일등으로 감싸 햇빛으로부터 차단한 후 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 핀셋을 사용하여 필터를 조심스럽게 시험관에 옮긴 후 용매 5 ml를 가한 후 마개를 막는다.
    - 주 1. 벤젠은 발암물질로 추정되고 있으므로 cyclohexane이 추출용매로 권장함.
    - 주 2. 이 추출법은 벌크시료에도 적용할 수 있다.
  - ② 20 분간 초음파 처리 한다.
  - ③ 용액을 0.5  $\mu$ m 여과지를 사용하여 여과하게 되는데 여과액은 미리 무게를 단 컵등에 담는다. 여과후의 여과지는 버린다.
  - \* 시료중의 PAH등을 분석할 경우 이 여과된 용액을 시료로 사용하여 분석할 수 있다.

### (5) 분석과정

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가). 정량조작

- ① 분석자가 직접 화학정밀저울을 1.0 mg 범위 까지 영점 조정을 한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나). 분석

- ① 시료추출물 1.0 ml를 미리 달아놓은 컵에 옮긴다.
- ② 40 ℃로 미리 가열한 진공오븐에 옮긴다. 이 오븐내의 압력은 7 - 27 kPa(50 -200 mmHg)의 범위내에 둔다.
- ③ 용매를 2 시간 동안 증발 시킨다.
- ④ 화학정밀저울이 설치된 방의 온도와 습도를 적어도 30 분간 일정하게 유지 시킨후  $\mu\text{g}$  까지 무게를 단다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B) * 5}{V}$$

- C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )
- W : 시료 1 ml에서 측정된 잔유물의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- B : 공시료 1 ml에서 측정된 잔유물의 양 ( $\mu\text{g}$ )
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- 5 : 전체시료(5 ml) 중의 잔유물양으로 전환하기위한 계수

(7) 기타분석방법

여과채취하여 채취 후 중량분석하는 방법<sup>2)</sup>

참고문헌

1. NIOSH Manual of Analytical Methods, 3rd Ed. Vol. 1, 5023
2. OSHA Analytical Methods Manual, 2nd Ed., Vol.3, Method 58

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-052
---------

## 크레졸 및 페놀

1. 물질명 : 크레졸(Cresol), 페놀(Phenol)

2. 물리·화학적 특성

구 분	크레졸			페놀
	o-cresol	m-cresol	p-cresol	
화학식	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OH	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OH	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OH	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH
CAS No.	1319-77-3			108-95-2
분자량	108.13	108.13	108.13	94.11
비중(20 ℃)	1.047	1.034	1.034	1.071(25 ℃)
끓는점(℃)	190.95	202.2	201.9	182.0
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.25	0.15	0.11	0.355

3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
크레졸	TWA	5	22	5	22	5	22
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
페놀	TWA	5	19	5(A4)	19(A4)	5	19
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 고체채취  (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브  (XAD-7, 100 mg/50 mg)  (3) 시료채취 유량: 0.01-0.1 ℓ/min  (4) 총량 : 최소 - 1 ℓ (at 5 ppm)  최대 - 24 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 1 주일( 25 ℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장  공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후  FID로 검출  (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : methanol 2 ml를 넣고 30분간  초음파 처리  (2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도  (10 ℓ 채취시 )</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 20 - 800 μg/시료  (2) 정 밀 도 : 0.028</p> <p>5. 검출한계 : 1 -3 μg/시료</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 메탄올로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( XAD - 7, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stabilwax DA fused silica capillary, 30 m, 0.32mm ID, 0.25-mm film



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

또는 이와 동등 이상의 칼럼

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 메탄올, 메탄올은 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) n-Hexane
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
  - \* 크레졸 : m-cresol 4 g(4.13 ml)에 o-cresol 2 g과 p-cresol 3 g을 혼합하여 원액으로 한다.
  - \* 표준용액(10.4 mg/ml)제조 : 위에서 혼합한 원액 104 mg(1.0 ml, 20°C)에 n-Hexane을 가하여 10 ml가 되게 한다.
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.1 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 5 - 24 l 정도 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 초음파 처리를 30분간 정도한다.

**(5) 분석과정****(가) 검량선 작성과 정도관리**

- ① 시료농도(시료당 1 - 800 $\mu$ g 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

**(나) 분석**

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l(split 20:1)
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 1 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 160 - 225  $^{\circ}$ C, 3  $^{\circ}$ C/min

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2546. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-053
---------

## 클로로메틸 메틸 에테르

1. 물질명 : 클로로메틸 메틸에테르(Chloromethyl methyl ether), 클로로메톡시메탄(Chloromethoxymethane)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	클로로메틸 메틸에테르
화학식	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ClO
CAS No.	107-30-2
분자량	80.51
비중(20℃)	1.061
끓는점(℃)	59.5
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	A2	-	A2	-	Ca
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

Ca : OSHA에서 발암물질로 규정(29 CFR 1910.1006)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 액체채취 (2) 기구 및 채취제 : 임핀저 (유도화 시약, 10 ml) (3) 시료채취 유량 : 0.5 l/min (4) 총량 : 최소- 최대- 60 l  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 :  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC로 분리 후 ECD로 검출 (2) 기기 : GC-ECD  2. 탈착 (1) 방법 : 가열후 냉각시켜 증류수 및 Hexane을 2 ml씩 넣고 5분간 혼합 (2) 효율 :  3. 검량선 : 0.04 - 0.40 µg/10 ml  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.5 - 7.5 ppb (2) 정 밀 도 : 10%  5. 검출한계 : 0.02 - 0.3 mg/µl

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 유도화 시약이 들어있는 임핀저를 통과시켜 CMME (chloromethyl methyl ether)의 유도체를 형성시켜 이를 GC에 주입하여 분리한 후 ECD로 검출하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 임핀저
- (나) 온도계, 초시계
- (다) 개인시료 채취용 펌프
- (라) 스팀 수욕조 : 65 - 90 °C를 유지할 수 있어야 함
- (마) GC : ECD

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (바) Column : 1.83 m x 6.35-mm glass column, 100/120 mesh textured glass beads(GLC-100)-0.1% OF-1 및 0.1% OV-17로 충전된 것
- (사) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (아) 초자기구등

**(3) 시약**

- (가) 유도화 시약
  - ① Sodium methoxide 25 g을 메탄올 1 L에 녹인다.
  - ② 2,4,6 - Trichlorophenol 5 g을 3.1.1의 용액에 녹인다.
  - \* 이 시약은 갈색병에 보관시 3 - 4 주간안정하며, sodium methoxide는 심한 발열반응을 하므로 첨가시 서서히 가해야 한다.
- (나) Sodium methoxide : 시약등급
- (다) 2,4,6 - Trichlorophenol : M.P 67 - 68  $^{\circ}$ C 인 것
- (라) Methanol, Hexane
- (마) Chloromethyl methyl ether : B.P 55 - 58  $^{\circ}$ C
- (바) Sodium hydroxide
- (사) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (아) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (자) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 두 개의 임핀저를 직렬로 연결하고 각각의 임핀저에 유도화 시약 10 ml씩 넣고 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.5 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(필요시 2시간 까지 시료채취할 수 있음)
- (나) 시료의 전처리
  - ① 채취한 시료용액을 바이엘에 옮겨 느슨하게 마개를 하고 65 - 90  $^{\circ}$ C의 스팀 수욕조에 5분간 방치한다.
  - ② 시료용액을 냉각 시킨 후 증류수 및 핵산을 2 ml 씩 가한다.
  - ③ 5분간 흔들어 섞는다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

④ 용액층이 분리되도록 몇 분정도 방치한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

① 시료농도(0.04 - 0.40  $\mu\text{g}/10\text{ ml}$ )가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.

㉠ CMME 2  $\mu\text{l}$ 를 헥산 50 ml에 넣는다.(0.04 mg,CMME/ml)

㉡ 4개의 병에 유도화 시약을 10 ml씩 넣고 여기에 (1)에서 제조한 용액을 0, 1, 2, 5, 10  $\mu\text{l}$  씩 넣는다.(0, 0.04, 0.08, 0.20, 0.40  $\mu\text{g}$ ,CMME/10 ml에 해당함)

② 시료처리과정과 동일하게 전처리 한 후 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

㉠ 주입량 : 2  $\mu\text{l}$

㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min

㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 175  $^{\circ}\text{C}$

검출부(Detector) : 250  $^{\circ}\text{C}$

칼럼 (Column) : 140  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$\text{ppb(v/v)} = \frac{D \times 24.45}{V_s \times MW}$$

D : 검량선으로부터 측정된 양(ng)  
 24.45 : 25 °C, 1 기압에서의 공기의 몰 부피  
 V<sub>s</sub> : 채취 공기량(ℓ)  
 MW : CMME의 분자량, 80.05

\* 주의: 만일 뒤 임핀저의 CMME 양 > 앞 임핀저의 양/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

### (7) 기타분석방법

액체채취하여 흡광광도법을 이용하는 방법.<sup>2)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): P&CAM 220. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.
2. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.227.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-054
---------

## 테레핀유

1. 물질명 : 테레핀유(Oil of turpentine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	테르핀유
화학식	approx. C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
CAS No.	8006-64-2
분자량	approx. 136
비중(15℃)	0.860-0.875
끓는점(℃)	150-180
증기압(mmHg, 20 ℃)	5

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	100	560	미 규정		100	560
STEL/Ceiling(C)	-	-			-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취  (1) 방법 : 고체채취  (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브  (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)  (3) 시료채취 유량 : 0.02 - 0.2 ℓ/min  (4) 총량 :  최소- 1 ℓ (at 100 ppm)  최대- 10 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25℃에서 최소한 1주일</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장  공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기  (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출  (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착  (1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30 분간 방치  (2) 효율 : 99%</p> <p>3. 검량선 : 0.1 - 20 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :  (1) 범 위 : 0.5 - 20 mg/시료  (2) 정 밀 도 : 0.013</p> <p>5. 검출한계 : 0.1 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 9 - 360 ppm( 10 ℓ 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 납사류등이 분석에 방해작용을 할 수 있으므로 칼럼과 GC 분석조건을 최적화 하여 방해물질에 의한 영향을 받지 않도록 해야한다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : glass, 3m x 6-mm, 10% SP-2100 on 80/100 mesh Supelcoport or 30 m x 0.32 mm ID fused silica capillary coated with DB-1
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함  
내부표준물질 - 0.8% undecane, 또는 0.1% octane
- (나) 테르핀유 벌크시료(Terpentine bulk sample)
- (다) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 10 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(0.1 - 20 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1 - 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 50 - 250  $^{\circ}$ C, 8 $^{\circ}$ C/min

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아 보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1551. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-055
---------

## 1,1,2,2-테트라클로로에탄

1. 물질명 : 1, 1, 2, 2 - 테트라클로로에탄(1, 1, 2, 2 - Tetrachloroethane)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	1, 1, 2, 2 -테트라클로로에탄
화학식	Cl <sub>2</sub> CHCHCl <sub>2</sub>
CAS No.	79-34-5
분자량	167.85
비중(25℃)	1.595
끓는점(℃)	146
증기압(mmHg, 25 ℃)	8

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	7	1(A3)	6.9(A3)	5	35
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 09; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Petroleum charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 3 ℓ (at 5 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 30 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 1 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.1 - 1 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.016(at 0.16- 0.64mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 1.5 - 15 ppm( 10ℓ 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Petroleum charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : stainless steel, 3 m x 3-mm OD, packed with 10% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(사) 용량플라스크 : 10 ml

(아) 피펫

### (3) 시약

(가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함

(나) 1, 1, 2, 2- 테트라클로로에탄 : 시약 등급

(다) 탈착용 표준원액(50 mg/ml) : 1,1,2,2-테트라클로로에탄 5g을 이황화탄소로 녹인 후 부피가 10 ml가 되게 한다.

(라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스

(바) 수소(H<sub>2</sub>) 가스

(사) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 3 - 30 l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 1 mg /ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ④ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.



- ㉞ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉟ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㊱ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㊲ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량/주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

##### ① 기기 조건

- ㉞ 주입량 : 5  $\mu\text{l}$
- ㉟ 운반가스: 질소, 25 ml/min
- ㊱ 온도 : 도입부(Injector) : 175  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 230  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 160  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

$V$  : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타 분석방법

7.1 실리카겔 관에 채취하여 G.C를 이용하는 방법<sup>3)</sup>

7.2 활성탄관에 채취하여 G.C를 이용하는 방법<sup>4)</sup>

7.3 흡광광도 분석법<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1019. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 가이드ブック有機溶濟關係 p.195
4. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-056
---------

## 테트라하이드로퓨란

1. 물질명 : 테트라하이드로퓨란(Tetrahydrofuran), Diethylene oxide

2. 물리·화학적 특성

구 분	테트라하이드로퓨란
화학식	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O
CAS No.	109-99-9
분자량	72.11
비중(20℃)	0.886
끓는점(℃)	66
증기압(mmHg, 20 ℃)	145

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	200	590	200	590	200	590
STEL/Ceiling(C)	250	735	250	737	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 1 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 9 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 0.5 ml CS<sub>2</sub>를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율: 0.91-0.95</p> <p>3. 검량선 : 0.05 - 13 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 13 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.016 (at 3-11.8 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 34 - 880 ppm( 5 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 습도는 시료과과유량에 영향을 미침.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착한 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : 1.2 m x 6-mm OD, packed with 50/80 mesh Porapak Q
- (마) 바이엘 : 2ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 크로마토그래피 등급용
- (나) 테트라하이드로퓨란(Tetrahydrofuran) : 시약 등급용
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 9 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 0.5 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(0.05 - 13 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
  - ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.

- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

##### ① 기기 조건

- ㉠ 주입량 : 5  $\mu\text{l}$
- ㉡ 운반가스: 질소 30 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 190  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 250  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼 (Column) : 185  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

$W_f$  : 시료 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

$W_b$  : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$B_f$  : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu g$ )

$B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu g$ )

$V$  : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

활성탄관에 채취하여 GC로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1609. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-057
---------

## 이소시아네이트

### 1. 물질명

- (가) 톨루엔-2, 4-다이소시아네이트(Toluene-2, 4-diisocyanate, 2,4-TDI)
- (나) 톨루엔-2, 6-다이소시아네이트(Toluene-2, 6-diisocyanate, 2,6-TDI)
- (다) 1, 6-헥사메틸렌 다이소시아네이트(1, 6-Hexamethylene diisocyanate, HDI)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	2,4-TDI	2,6-TDI	HDI
화학식	CH3C6H3(NCO)2	CH3C6H3(NCO)2	OCN(CH2)6NCO
CAS No.	584-84-9	91-08-7	822-06-0
분자량	174.16	174.16	168.20
비중(20℃)	1.224	1.22	1.04
끓는점(℃)	251	-	255
증기압(mmHg, 20℃)	0.01	0.01	0.05(25℃)

### 3. 허용농도

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
2,4-TDI	TWA	0.005	0.04	0.005(A4)	0.036(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	0.02	0.15	0.02(A4)	0.14(A4)	C0.02	C0.14
2,6-TDI	TWA	-	-	0.005(A4)	0.036(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	0.02(A4)	0.14(A4)	-	-
HDI	TWA	-	-	0.005	0.034	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 6(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과포집</p> <p>(2) 기구 및 채취제: reagent -coated filter (1-(2-pyridyl)piperazine-coated glass fiber filter)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량:</p> <p style="padding-left: 20px;">최소: 15 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대: 240 ℓ (at 0.002 ppm)</p> <p>2. 운반 : 햇빛 및 공기로부터 차단하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음</p> <p style="padding-left: 20px;">* 2)의 사용하지 않는 시료채취제는 냉장 보관해야 함.</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC 이용하여 분리한 후 UV 또는 형광 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 또는 형광 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1)방법 : 90/10(v/v) ACN/DMSO 2 ml 를 넣고 1시간 동안 방치</p> <p>(2)효율 : 90.8%(2,4-TDI), 91.2%(2,6-TDI) 93.3%(HDI)</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.704 μg/ml - 2.814 μg/ml</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.009(TDI), 0.013(HDI)</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>19ug/시료(2,4-TDI), 24μg/시료(2,6-TDI), 33 μg/시료(HDI)</p> <p>6. 적 용 : 0.14 mg/m<sup>3</sup> ( 15 ℓ 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : Amimes, alcohols, carboxylic acids 등이 방해물질로 작용한다.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과포집법으로 포집하여 Methanol로 탈착한 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 채집기 : 37 mm-3단 카세트홀더(reagent -coated filter, (1-(2-pyridyl)piperazine - coated glass, eg. SKC Cat. No. 225-9002)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.0 ℓ/min의 고유량 펌프
- (다) HPLC, detector : ultraviolet or fluorescence
- (라) Column : 25-cm x 4.7-mm ID stainless steel, packed with 10-μm Alltech C<sub>8</sub>
- (마) 진공펌프
- (바) 바이엘 : 4 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (사) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (아) 용량플라스크 : 10 ml
- (자) 피펫

(3) 시약

- (가) Methylene chloride, hexane, acetonitrile(acn), dimethylsulfoxide(dmsO) : HPLC 등급용
- (나) 증류수 : HPLC 등급용
- (다) 2,4-TDI
- (라) Ammonium acetate : HPLC등급용
- (마) Glacial acetic acid
- (바) 1-(2-Pyridyl)piperazine : 1-2PP
- (사) 표준원액 제조

- ① 2,4-TDI 3.5g에 methylene chloride 가하여 녹인 후 부피가 25 ml가 되게한다.
- ② 1-2PP 7.25g에 methylene chloride 가하여 녹인 후 부피가 100 ml가 되게한다.
- ③ 3.7.2의 용액을 저의면서 서서히 3.7.1의 용액을 가한다.
- ④ 위의 용액을 35 °C에서 10분정도 가열한다.
- ⑤ 질소가스를 ④의 용액에 퍼징시키면서 용액의 부피를 10 ml로 줄인다.
- ⑥ 헥산(hexane)을 넣어 침전시킨다: 침전은 헥산을 넣지 않아도 일어날 수도 있다.
- ⑦ 여과시킨 후 여과된 침전물에 소량의 methylene chloride을 가하여 녹인 후 다시 헥산으로 재 침전시킨다.
- ⑧ 침전물을 다시 여과시킨 후 헥산으로 세척하고 진공건조 시킨다. : 약 9 g의 이소시아네이트 유도체를 얻을 수 있다.
- ⑨ 디이소시아네이트 유도체의 적당량을 DMSO에 녹여 표준원액을 만든다.  
 TDI 무게=유도체(TDI urea)무게 x 0.3479  
 HDI 무게=유도체(HDI urea)무게 x 0.3400

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

⑩ ⑨에서 조제한 표준원액을 Acetonitrile 용매로 희석하여 표준용액을 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제한다.

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 37-mm 카세트홀더를 유연성튜브를 이용하여 펌프에 연결한 후 Open face로 시료를 채취한다.
- ③ 1ℓ/분 유량으로 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 카세트를 막아 공기 및 햇빛에 노출되지 않도록 한 후 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 카세트홀더에 들어 있는 필터를 4 ml 바이엘에 넣는다 이때 필터가 접히거나 구겨지지 않도록 주의 한다.
- ② 각 바이엘에 2 ml의 추출액(90/10(v/v), ACN/DMSO)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 힘차게 흔들어 준 후 1 시간정도 방치한다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준 물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이 때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ Methylene chloride에 분석대상이 되는 이소시아네이트(TDI 또는 HDI)를 녹인 원액을 미량주사기를 이용하여 필터에 주입한다.
- ㉡ 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉢ 추출시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉣ 다음식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{회수율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
- ㉠ 주입량 : 10 - 25  $\mu$ l

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 검출기 : UV, 254nm 와 313 nm, 또는 Fluorescence, 240 nm(excitation), 370 nm(emission)
- ㉔ 이동상 : 0.01 M ammonium acetate in 37.5/62.5(v/v) ACN/water adjusted to pH 6.2 with acetic acid, 1 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

**(6) 농도계산**

다음식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W : 필터에 존재하는 분석물질의 양 (μg)
- B : 공시료에 존재하는 분석물질의 양 (μg)
- V : 포집 공기량(ℓ)
- RE : 회수율

**(7) 기타분석방법**

Impinger로 채취하여 HPLC(형광검출기 또는 전기화학검출기)로 분석하는 방법.<sup>2)</sup>

**참고문헌**

1. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 42. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5522. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-058

## 트리클로로에틸렌

1. 물질명 : 트리클로로에틸렌(Trichloroethylene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	트리클로로에틸렌
화학식	Cl <sub>2</sub> C <sub>2</sub> HCl
CAS No.	79-01-6
분자량	131.39
비중(25℃)	1.464
끓는점(℃)	87
증기압(mmHg, 20 ℃)	58

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	270	50(A5)	269(A5)	100	-
STEL/Ceiling(C)	200	1080	100(A5)	537(A5)	200(C)	1080(C)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 1 ℓ (at 100 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 30 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지않음</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30 분간 방치</p> <p>(2) 효율: 0.92 - 0.94</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 10 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 10 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.038(at 1.6- 6.4 mg/sample)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 27 - 875 ppm( 3.4 ℓ 공기채취) STEL값 측정에도 사용가능</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p> <p>6 m x 3 mm OD, packed with 10% SP - 1000 on 80/100 mesh Supelcoport 칼럼이나 fused silica capillary, 60 m x 0.32 mm, coated with 0.25 μm OV-351칼럼도 사용가능함.</p>

(1) 원리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : stainless steel, 3 m x 3-mm OD, packed with 10% OV-101 on 100/200 mesh Chromosorb WHP
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) 트리클로로에틸렌 : 시약 등급
- (다) 질소(N<sub>2</sub>) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 1 - 30 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 10 mg /ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 175  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 230  $^{\circ}$ C  
 칼 럼 (Column) : 160  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많 다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

**(6) 농도계산**



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타 분석방법

- 7.1 Air bag에 채취하여 GC(PID)로 분석하는 방법<sup>3)</sup>
- 7.2 활성탄관에 채취하여 G.C를 이용하는 방법<sup>4)</sup>
- 7.3 흡광광도 분석법, 검지관법<sup>4)</sup>

## 참고문헌

1. NIOSH : NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed, O-Z, Method 1022
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(1997)
3. NIOSH Manual of analytical methods, 3rd Ed., Vol.1, method 3701
3. 作業環境測定 ガイドブック有機溶濟關係 p.195
4. OSHA Analytical Methods manual, 2nd Ed., Vol.1, Method 07

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-059
---------

## 파라니트로클로로벤젠, 디니트로톨루엔

1. 물질명: 파라니트로클로로벤젠(p-Nitrochlorobenzene), 디니트로톨루엔(Dinitrotoluene)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	파라니트로클로로벤젠	디니트로톨루엔
화학식	NO <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl	(NO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>
CAS No.	100-00-5	25321-14-6
분자량	157.56	182.15
비중(20℃)	1.520	1.3208(at 71℃)
끓는점(℃)	239-246	300
증기압(mmHg, 20℃)	1	-

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
p-니트로클로로벤젠	TWA	0.1	0.6	0.1(A3)	0.64(A3)	-	1
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
디니트로톨루엔	TWA	-	1.5	-	0.2(A3)	-	1.5
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 09; 2003. 6(1차개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (silica gel, 150 mg/75 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 1 ℓ 최대- 150 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 최소한 1주일  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 1 ml methanol를 넣고 1 시간동안 초음파처리 (2) 효율 : 1.03  3. 검량선 : 0.1 - 150 μg/ml  4. 정 도 : (1) 범 위 : 5 - 150 μg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.025  5. 검출한계 : 0.1 μg/시료  6. 적용 : 0.03 - 6 ppm( 25ℓ 공기채취시)  7. 방해작용 : 확인된 것이 없음.

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 methanol로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Silica gel, 150 mg/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : 3 m x 2-mm ID stainless steel, packed with 100/120 mesh Chromosorb

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

WHP coated with 10% FFAP

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 초음파수욕조
- (자) 피펫

### (3) 시약

- (가) 메탄올 : 크로마토그래피 등급용
- (나) 파라니트로클로로벤젠, 디니트로톨루엔 : 시약 등급용
- (다) 벤젠, 헥산 : 시약등급용
- (라) 표준원액, 10 mg/ml : 메탄올에 나.의 시약을 넣어 조제
- (마) 탈착효율용 원액, 10 mg/ml : 20/80(v/v) benzene/hexane에 파라니트로클로로벤젠을 넣어 조제
- (바) 질소(N<sub>2</sub>)
- (사) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (아) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 60분정도 초음파 처리한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(0.1 - 150  $\mu$ g/ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의

표준물질로 검량선을 작성한다.

- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 1 - 20  $\mu\text{l}$  범위내에서 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 질소 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 180  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 260  $^{\circ}\text{C}$   
칼 럼 (Column) : 155  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

액체채취하여 GC(ECD)로 분석하는 방법.<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2005. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.267

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-060
---------

## 파라디메틸아미노아조벤젠

1. 물질명 : 파라디메틸아미노아조벤젠 (p-Dimethylaminoazobenzene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	파라디메틸아미노아조벤젠
화학식	$C_6H_5N_2C_6H_4NC_2H_6$
CAS No.	60-11-7
분자량	225.32
비중(40 °C)	-
끓는점(°C)	114
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	미 규정		미 규정		미 규정 Ca	
STEL/Ceiling(C)						

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1003)

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 07; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 + 액체채취 (2) 기구 및 채취제 : 37 mm glass fiber filter + midget impinger(15 ml Isopropanol) (3) 시료채취 유량 : 1.0 l/분 (4) 총량 : 60 l  2. 운반 :  3. 시료의 안정성 :  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 여과 및 액체채취하여 HPLC를 이용하여 분석 (2) 기기 : HPLC-UV  2. 전처리 (1) 방법 : Isopropanol 로 추출 (2) 효율:  3. 분석 : (1) 파장 : 259 nm (2) 칼럼 : C <sub>18</sub> (3) 이동상 : 80 : 20 methanol:water  4. 정 도 : (1) 범 위 : (2) 정 밀 도 :  5. 검출한계 : 6 ng/inj

\* 이 물질 분석방법의 경우 산업위생분야에서 쓰일 수 있도록 충분히 검증된 방법이 없는 상태임.

### 참고문헌

OSHA: Chemical sampling information. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-061

## 펜타클로로페놀

1. 물질명 : 펜타클로로페놀(Pentachlorophenol), 1-하이드록시펜타클로로벤젠  
(1-Hydroxypentachlorobenzene)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	펜타클로로페놀
화학식	C <sub>6</sub> Cl <sub>5</sub> OH
CAS No.	87-86-5
분자량	266.35
비중(22 ℃)	1.978
녹는점(℃)	190
증기압(mmHg, 100 ℃)	0.12

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.5	-	0.5(A3)	-	0.5
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취 + 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 필터 + 버블러 (mixed cellulose ester membrane + ethylene glycol)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 48 ℓ (at 0.5 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 480 ℓ</p> <p>2. 운반 : 시료채취후 필터를 시료채취 버블러로 옮겨 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 최소한 8일(at 25 °C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 UV 파장에서 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 방법 : 10 ml methanol</p> <p>(2) 효율: 1.05 정도</p> <p>3. 검량선 : 8 μg - 270 μg/25 ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 24 - 270 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.051 (at 45 - 180 μg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 8 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.13 - 11 mg/m<sup>3</sup> (40ℓ 공기 채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 확인된 것이 없음</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터와 버블러가 장착된 시료채취기로 채취하여 Methanol로 추출한 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 37 mm cellulose ester membrane filter(pore size, 0.8 μm), 3단 필터홀더

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(stainless steel screen, eg. SKC. Cat. No. 225-26), 15 ml Ethylene glycol  
시약이 들어있는 25 ml 버블러

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 1 l/min의 저유량 펌프

(다) HPLC, detector : UV

(라) Column :  $\mu$ -Bondapak C18, 10- $\mu$ m particle size, 30 cm x 3.9 mm ID

(마) 용량플라스크 : 25 ml

(바) 마이크로 실린지 : 50, 100  $\mu$ l

(사) 메스실린더 : 25 ml

(아) 바이엘 : 20 ml with PTFE-lined cap

(자) 피펫

### (3) 시약

(가) 펜타클로로페놀 : 시약등급

(나) Ethylene glycol : 시약등급

(다) 메탄올

(라) Isopropanol

(마) 증류수

(바) 표준원액, 5 mg/ml : 펜타클로로페놀 50 mg을 이소프로판올에 녹여 10 ml가 되게 한다.

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정하여 필터, 버블러, 펌프 순으로 시료채취기를 연결한다.  
(버블러의 액체가 펌프로 들어갈 우려가 있을 경우 버블러와 펌프사이에 빈용기의 버블러를 추가로 설치한다)
- ② 버블러에 15 ml ethylene glycol을 첨가한다.
- ③ 0.5 - 1.0 l/분에서 정확한 유량으로 48 - 480 l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 필터를 시료채취 버블러로 옮긴 후 PTFE 마개로 버블러를 막아 운반한다.
- ⑤ 벌크시료 약 1 g정도를 바이엘에 담아 함께 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 버블러안의 시료를 메스실린더로 옮긴다.
- ② Ethylene glycol을 가해 부피가 15 ml가 되게 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

③ 분석직전에 메탄올 10 ml를 가한 후 가볍게 흔들어 준다

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 표준원액을 적당히 희석하여 8 - 270  $\mu\text{g}/25 \text{ ml}$  정도의 범위에서 최소한 6개의 표준용액을 제조한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도 수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 필터에 표준용액을 적당량을 떨어 뜨린다.
- ㉡ 공기중에서 건조시킨 후 15 ml ethylene glycol을 첨가하여 추출시킨다.
- ㉢ 분석직전에 메탄올 10 ml를 가해 시료분석시 같이 분석한다.

$$\text{회수율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 20  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 검출기 : UV, 254nm
  - ㉢ 이동상 : 60% methanol/40% water
  - ㉣ 이동속도 : 1.5 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입하여 측정한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

- C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )  
 W : 시료에서 측정된 양 ( $\mu\text{g}$ )  
 B : 공시료에서 측정된 양 ( $\mu\text{g}$ )

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### (7) 기타분석방법

액체 채취하여 흡광광도계로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5512. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 作業環境測定 가이드ブック特定化學物質, 金屬類關係 p.293

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-062

## 포름알데히드

1. 물질명 : 포름알데히드(Formaldehyde)

2. 물리·화학적 특성

구 분	포름알데히드
화학식	HCHO
CAS No.	50-00-0
분자량	30.03
비중(20℃)	1.067(공기=1)
끓는점(℃)	-19.5
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1(A2)	1.5(A2)	-	-	0.75 Ca	-
STEL/Ceiling(C)	2(A2)	3(A2)	0.3(C,A2)	0.37(C,A2)	2 Ca	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1048)

4. 분석방법 : 분광광도계법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

구 분	포름알데히드
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취+액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 여과지+임핀저 (1 <math>\mu</math>m PTFE membrane and two impingers, with each with 20 ml 1% sodium bisulfite solution)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 : 최소- 1 <math>\ell</math> (at 0.002 mg/m<sup>3</sup>) 최대- 100 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 마개달린병에 시료를 옮겨 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 <math>^{\circ}</math>C에서 30일 정도</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1)원리 : 흡광광도계를 이용하여 분석</p> <p>(2)기기 : 흡광광도계</p> <p>2. 발색</p> <p>(1) 방법 : 0.1 ml 1% chromotropic acid 등으로 처리</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 2 - 40 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.03(at 1 - 20 <math>\mu</math>g/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.5 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>6. 적용 : 0.025 - 4.6 mg/m<sup>3</sup>(80 <math>\ell</math> 공기채취시), 천장값(Ceiling)이나 지역시료 채취에 적합</p> <p>7. 방해작용 : 산화되기 쉬운물질 : 양의 방해 작용, 페놀/포름알데히드의 비가 0.3 보다 낮으면 - 15% 편차, 에탄올, 고분자 알콜, 올레핀, 방향족탄화수소, 시클로 -헥사논은 약간의 음의 방해 작용을 함.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 임핀저 채취하여 1% chromotropic acid등으로 발색 시켜 흡광광도계로 580 nm에서 흡광도를 측정하여 분석한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기: 37-mm PTFE(polytetrafluoroethylene) 여과지가 장착된 37-mm 카세트 + two midget impingers
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Spectrophotometer
- (라) LDPE(low density polyethylene)병 : 50 ml with Screw Caps
- (마) pH meter
- (바) 뷰렛 : 50 ml
- (사) 수욕조
- (아) 비이커 : 50 ml
- (자) 자석 교반기
- (차) 메스실린더 : 25 ml
- (카) 피펫

**(3) 시약**

- (가) Chromotropic acid, 1% : 4,5-dihydroxy-2,7-naphthalene disulfonic acid disodium salt  
0.1 g에 증류수를 녹여 10 ml가 되게 한다.
- (나) 황산 : 96%
- (다) 포름알데히드 표준원액, ca. 1 mg/ml
  - ① 37% 포르말린 용액 2.7 ml에 증류수를 가하여 1 ℓ가 되게 한다.(약 3개월간 안정)
  - ② 1.13M sodium sulfite 5 ml를 50 ml 비이커에 넣고 자석교반기로 저어주면서 산 또는 염기용액을 가하여 pH를 8.5-10으로 조정하고 pH 농도를 기록한다.
  - ③ ①에서 조제한 용액 10 ml를 가한다 이때 pH는 11 이상이 되는데 0.02 N 황산 용액을 가하여 3.3.2에서의 pH로 맞춘다.(약 17 ml정도의 산이 필요함) pH농도를 지나치게되면 0.01 N NaOH로 재조절한다.
  - ④ 농도계산

$$C_s = \frac{30.0(N_a V_a - N_b V_b)}{V_s}$$

30.0 : 30.0g/equivalent of formaldehyde  
 Na : 황산의 노르말농도(0.02 N)  
 Va : 적정에 사용된 황산의 부피(ml)  
 Nb : 역적정에 사용된 수산화나트륨의 노르말농도(0.01 N)  
 Vb : 역적정에 사용된 수산화나트륨의 부피(ml)  
 Vs : ①에서 조제한 용액의 첨가량(10 ml)



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Formalin solution : 37%
- (마) 증류수
- (바) 황산 : 0.02 N
- (사) 수산화나트륨 : 0.01 N
- (아) Sodium sulfite : 1.13 N, 사용할 때 조제
- (자) Sodium bisulfite( $\text{NaHSO}_3$ ), 1% : 1 g을 증류수로 녹여 100 ml가 되게 한다. 매주 조제 필요
- (차) Magnesium sulfate

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 필터, 임핀저, 임핀저 펌프 순으로 연결하여 0.2 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 100 l 정도 시료를 채취한다.
- \* 펌프로 액체가 유입될 우려가 있는 경우 임핀저와 펌프사이에 필터를 장착한다. 먼지가 많은 작업환경 측정시 PTFE 필터를 필히 장착하도록 한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 채취액을 마개가 달린 LDPE병에 옮겨 운반한다.

##### (나) 시료의 전처리

- ① 시료채취용액을 메스실린더로 옮겨 부피를 측정한다.
- ② 각 시료중 4 ml를 취하여 25 ml 마개가 있는 용량플라스크로 옮긴다.
- ③ 1% chromotropic acid 1 ml를 가하여 잘 혼합한다.
- ④ 6 ml 진한황산을 천천히 가한 후 (발열반응) 마개를 막고 용액을 가볍게 흔든다.
- ⑤ 95 °C에서 15분간 가열한 후 상온에서 2 - 3 시간 동안 식힌다.

#### (5) 분석과정

##### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6 개의 표준물질로 검량선을 작성한다. 시약에서 조제한 포름알데히드 표준원액 1 ml에 1% sodium bisulfite 용액을 가하여 100 ml가 되게 한다.  
0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 1.0, 2.0를 취하여 4 ml 용량플라스크에 옮긴 후 1% sodium bisulfite 용액으로 4 ml가 되게 한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

##### (나) 분석

흡광광도계 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.  
- 분석파장 : 580 nm

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(M_f + M_b - 2M_B)}{V}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
M<sub>f</sub> : 앞 임핀저의 포름알데히드 양(μg)  
M<sub>b</sub> : 뒤 임핀저의 포름알데히드 양(μg)  
M<sub>B</sub> : 공시료의 평균 포름알데히드 양(μg)  
V : 시료채취 공기량(ℓ)

\* 주의: 만일 M<sub>b</sub> > M<sub>f</sub>/3 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

흡착튜브로 채취하여 GC(NPD)로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3500. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 52. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-063
---------

## 포스젠

1. 물질명 : 포스젠(Phosgene), 카르보닐클로라이드(Carbonylchloride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	포스젠
화학식	COCl <sub>2</sub>
CAS No.	75-44-5
분자량	98.91
비중(20 ℃)	1.4
끓는점(℃)	8
증기압(mmHg, 20 ℃)	1215

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.1	0.4	0.1	0.4	0.1	0.4
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 흡광광도계법<sup>1)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 액체채취 (2) 기구 및 채취제 : 미젯 임핀저 (3) 시료채취 유량 : 1ℓ/min (4) 총량 :  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 시료채취 후 4 시간 정도 안정하며 최소한 9시간 이내에 분석할 것  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 흡광광도계를 이용하여 475nm 에서 검출 (2) 기기 : UV Spectrophotometer  2. 전처리 (1) 방법 : 발색시약으로 전처리하여 붉은 색의 흡광도 측정 (2) 효율:  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.005 - 5 ppm (2) 정 밀 도 :  5. 검출한계 :

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 들어 있는 임핀저에 채취한 후 전처리하여 발색시켜 흡광광도계를 이용하여 적색의 흡광도를 측정하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 미젯 임핀저
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) UV spectrophotometer
- (라) 초자기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(3) 시약**

- (가) 4, 4'-Nitrobenzyl pyridine
- (나) N-Phenylbenzyl amine
- (다) Diethyl-phthalate
- (라) 발색시약

4,4'-Nitrobenzyl pyridine 2.5 g과 N-Phenylbenzyl amine 5 g Diethyl-phthalate 992.5 g 을 혼합하여 만든다. 발색시약 제조시 Diethyl-phthalate의 양이 발색정도를 좌우하는데 중요한 요인이다.

**(4) 채취 및 처리**

실험에 사용되는 모든 초자기구는 이소프로필 알콜로 세척한 후 건조시켜 사용한다.

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 임핀저에 흡수액(발색시약) 10 ml를 넣고 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 1ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(50 ℓ 정도, 만약 phosgene의 농도가 1 ppm 이상일 경우 25 ℓ 정도 채취함)
- (라) 시료 채취 후 즉시 포리에틸렌이나 유리병에 옮겨 운반하여 실험실에서 분석한다.
- (마) 시료채취시 흡수액(발색시약)에 의해 발색되는 Phosgene의 적색의 유도체는 4시간 동안 안정하며 시료채취후 9시간 이내에 분석을 완료해야한다. 8시간 이후에 측정하면 10 - 15% 정도의 발색 결손이 생긴다.

**(5) 분석과정**

흡광광도계 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- (가) 기기 조건
  - 파장 : 475 nm
- (나) Phosgene과 반응하지 않은 발색시약으로 기기의 0 점을 맞춘 후 채취한 시료를 셀로 옮겨 분석한다.
- (다) 표준용액
 

포스젠은 반응성이 높기 때문에 표준용액을 준비하는 것이 어렵다. 그러나 1,000 ppm 이 들어있는 phosgene 실린더를 사용하여 이를 희석하여 만든다.

**(6) 농도계산**

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

검량선으로부터 얻은 황화수소의 양을 채취한 공기량으로 나누어 농도를 산출한다.

$$C = \frac{\mu\text{g phosgene}}{\text{시료채취 공기량(L)}}$$

C : 분석값(mg/m<sup>3</sup>)

### (7) 기타분석방법

고체채취하여 채취 후 GC-NPD로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

### 참고문헌

1. APHA : Methods of Air Sampling and Analysis, 2nd Ed, No. 821
2. OSHA Analytical Methods Manual, 2nd Ed., Vol.3, Method 61

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-064
---------

## 할로젠 탄화수소

1. 물질명 : 1,2-디클로로에탄(1,2 -Dichloroethane, Ethylene dichloride), 1,2-디클로로에틸렌(1,2-Dichloro-ethylene), 사염화탄소(Carbon tetrachloride), 트리클로로메탄(Trichloromethane, Chloroform), 오르토 - 디클로로벤젠(o-Chlorobenzene), 클로로벤젠 (Chlorobenzene), 테트라클로로에틸렌 (Tetrachloroethylene), 메틸클로로포름 (Methylchloroform, 1,1,1-Trichloroethane), 트리클로로메탄 (Trichloromethane)

### 2. 물리 · 화학적 특성

구 분	1, 2-디클로로에탄	1,2-디클로로에틸렌	사염화탄소	클로로포름	o-디클로로벤젠
화학식	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	CCl <sub>4</sub>	CHCl <sub>3</sub>	1,4-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>
CAS No.	107-06-2	540-59-0	56-23-5	67-66-3	95-50-1
분자량	98.96	96.94	153.82	119.38	147.0
비중(20 ℃)	1.235	1.282	1.594	1.485	1.305
끓는점(℃)	84	48	77	61.2	181
증기압 (mmHg, 20 ℃)	87(25℃)	400	91.3	160	1.2

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

구 분	클로로벤젠	테트라클로로에틸렌	1,1,1-트리클로로에탄	1,2,3-트리클로로프로판
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	C <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub> CCl <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> ClCHClCH <sub>2</sub> Cl
CAS No.	108-90-7	127-18-4	71-55-6	96-18-4
분자량	112.56	58.08	133.40	147.4
비중(20 ℃)	1.106	0.791	1.339	1.39
끓는점(℃)	132	56	74	156.7
증기압 (mmHg, 20 ℃)	8.8	266	100	3

### 3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
1, 2-디클로로 에 탄	TWA	10	40	10(A4)	40(A4)	500	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	100(C)	-
1, 2-디클로로 에 틸 렌	TWA	200	790	200	793	200	793
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
사염화탄소	TWA	5(A2)	30(A2)	5(A2)	31(A2)	10	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	10(A2)	63(A2)	25(C)	-
트리클로로메탄	TWA	10(A2)	50(A2)	10(A3)	49(A3)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	50(C)	240(C)
오 르 토- 디클로로벤젠	TWA	-	-	25(A4)	150(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	50(C)	300(C)	50(A4)	301(A4)	50(C)	300(C)
클로로벤젠	TWA	75	350	10(A3)	46(A3)	75	350
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
테 트 라 클로로에틸렌	TWA	50	335	25(A3)	170(A3)	100	-
	STEL/Ceiling(C)	200	1340	100(A3)	685(A3)	200(C)	-
메틸클로로포름	TWA	350	1900	350(A4)	1910(A4)	350	1900
	STEL/Ceiling(C)	450	2450	450(A4)	2460(A4)	-	-
1,2,3-트리클로로프로판	TWA	10	60	10(A3)	60(A3)	50	300
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1997. 9; 2003. 9(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut Shell Charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01-0.2 ℓ/min (4) 총량 : 표 1  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율: 0.91 - 1.00  3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 ℓ 채취시 )  4. 정 도 : 표 2 (1) 범 위 : 표 2 (2) 정 밀 도 : 0.022-0.047  5. 검출한계 : 0.01 mg/시료

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 ( Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : 표 2
- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 함
- (나) 내부표준물질 : 0.1%(V/V)의 데칸(Decane), 옥탄(Octane) 또는 분석 하고자 하는 물질종류에 따라 적절한 것 사용
- (다) 각 분석 물질의 원액 : 분석등급 이상으로 검량선 및 탈착효율 구할 때 사용
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하며 표 1을 참고하여 여 총시료 채취유량이 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(표2 참조)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

## (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 표 2

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

표 1. 시료채취 총량

물 질 명	시료채취 총량(L)	
	최 소	최 대
1,2-디클로로에탄	0.5 at 100 ppm	15
1,2-디클로로에틸렌	0.2 at 200 ppm	5
사염화탄소	3 at 10 ppm	150
클로로포름	1 at 50 ppm	50
오르토-디클로로벤젠	1 at 50 ppm	60
클로로벤젠	1.5 at 75 ppm	40
테트라클로로에틸렌	0.2 at 100 ppm	40
1,1,1-트리클로로에탄	0.1 at 350 ppm	8
1,2,3-트리클로로프로판	0.6 at 50 ppm	60

표 2. 분석 변수

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

물 질 명	칼 럼	온 도(℃)			범 위(mg/sample)
		칼 럼	도 입부	검 출부	
1,2-디클로로에탄	A	50	100	175	0.4 - 12
1,2-디클로로에틸렌	A	60	170	210	0.2 - 7
사염화탄소	B	60	155	200	0.2 - 7
클로로포름	B	75	155	200	0.4 - 11
오르토-디클로로벤젠	C	140	225	250	0.1 - 3
클로로벤젠	A	105	190	250	0.4 - 10
테트라클로로에틸렌	C	90	225	250	0.4 - 12
1,1,1-트리클로로에탄	C	70	225	250	0.6 - 17
1,2,3-트리클로로프로판	D	160	180	230	0.3 - 9

A : 3 m x 3-mm OD stainless steel, 10% SP-1000 on 80/100 mesh Chromosorb WHP

B : 6 m x 3-mm OD, 또는 A 칼럼

C : 3m x 3-mm OD stainless steel, 10% OV-101 on 100/120 mesh Chromosorb WHP

D : 3 m x 3-mm OD stainless steel, 10% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb WHP.

### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1003. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-065
---------

## 황산디메틸

1. 물질명 : 황산디메틸(Dimethyl sulfate)

2. 물리·화학적 특성

구 분	황산디메틸
화학식	(-CH <sub>3</sub> O) <sub>2</sub> SO <sub>2</sub>
CAS No.	77-78-1
분자량	126.13
비중(20 ℃)	1.332
끓는점(℃)	188
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.5

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.1(A2)	0.5(A2)	0.1(A3)	0.52(A3)	1	5
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법<sup>1,2)</sup>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 1997. 10; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Poropak P. 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 0.25 ℓ (at 1 ppm) 최대- 12 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 25 ℃에서 최소한 1주일  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 GC를 이용하여 분리한 후 ECD (sulfur mode)로 검출 (2) 기기 : ECD 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 1 ml Diethyl ether를 넣고 30분 동안 방치 (2) 효율:  3. 검량선 : 0.25- 120 μg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 1 - 120 μg/시료 (2) 정 밀 도 :  5. 검출한계 : 0.25 μg/시료  6. 적용 : 0.03 - 4 ppm( 6 ℓ 공기채취시)  7. 방해작용 : 확인된 것이 없음.

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 Diethyl ether로 탈착한 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Poropak P, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector: ECD(sulfur mode)
- (라) Column : 1.8 m x 3.2-mm OD stainless steel, packed with 5% DEGS on 80/100

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

mesh Chromosorb WHP

- (마) 바이엘 : 2ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : Diethyl ether\*
- (나) Dimethyl sulfate\*, 99%
- (다) 표준원액, 12 $\mu$ g/ $\mu$ l : 미리 10ml 용량플라스크의 무게를 잰 후 디메틸황산을 첨가하여 120mg(90  $\mu$ l)이 들어가게 한다. 무게칭량이 끝나면 Diethyl ether 를 표시선까지 첨가한다.
- (라) 헬륨(He) 가스
- (마) 여과된 공기

\* 주의 : 디메틸황산은 발암성 추정물질이고 탈착액은 인화성이 강한 물질이므로 개인보호구 착용과 후드내에서 작업이 이루어 지도록 한다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 0.25 - 12 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(0.25 - 120  $\mu$ g/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5 개의



표준물질로 검량선을 작성한다.

- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 탈착효율용 원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

##### ① 기기 조건

- ㉠ 주입량 : 4  $\mu\text{l}$
- ㉡ 운반가스: 헬륨, 20 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 180  $^{\circ}\text{C}$

칼럼 (Column) : 50  $^{\circ}\text{C}$ 에서 2분, 30  $^{\circ}\text{C}/\text{분}$ 으로 120  $^{\circ}\text{C}$ , 120 $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$W_b$  : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu g$ )

$B_f$  : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu g$ )

$B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu g$ )

$V$  : 채취 공기량( $l$ )

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## (7) 기타분석방법

액체채취하여 흡광광도계로 분석하는 법(크로모트로프산법).<sup>3)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2524. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).
3. 作業環境測定 ガイドブック特定化學物質, 金屬類關係 p.306

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-066
---------

## 황화수소

1. 물질명 : 황화수소(Hydrogen sulfide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	황화수소
화학식	H <sub>2</sub> S
CAS No.	7783-06-4
분자량	34.08
비중(공기=1)	1.19
끓는점(°C)	-60
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	14	10	14	-	-
STEL/Ceiling(C)	15	21	15	21	20(C)	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 1997. 11; 2003. 5(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 미젯 임핀저 (Cadmium hydroxide-STRactan sol., 10 ml)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 냉장보관</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 메틸렌블루 용액과 반응시킨 후 흡광도 측정</p> <p>(2) 기기 : 흡광광도계</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 방법 :</p> <p>(2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 : 5 - 100 mg/m<sup>3</sup></p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 8.5 - 63 mg/m<sup>3</sup></p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.121</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 : 이산화황 같은 환원제가 발색반응을 방해할 수 있으므로 시료중에 이산화황이 존재할 경우 ferric chloride 0.5 ml를 시료에 첨가하여 발색반응을 시키면 이산화황에 의한 방해작용을 감소시킬 수 있다.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 임핀저를 이용한 흡수액에 통과시켜 황화카드뮴 형태로 채취한 후 시료 처리를 하여 형성된 메틸렌블루 용액에 대한 흡광도를 측정하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 미젓 임핀저, 25 ml
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) 흡광광도계
- (라) 온도계
- 2.5 기압계
- 2.6 초자기구

## (3) 시약

모든시약은 냉장고에 보관하여 사용한다.

### (가) Amine sulfuric acid 저장용액

- ① 증류수 30 ml에 진한황산 50 ml를 가하여 식힌다.
- ② N, N - dimethyl-p-phenylene-diamine dihydrochloride(para-aminodimethylaniline) 또는 N, N-dimethyl-p-phenylenediamine oxalate 10.5 g을 산에 녹인다. 이 저장용액은 냉장고에 보관하여 사용할 것.(반영구적으로 사용가능)

### (나) Amine test 용액

가.에서 제조한 저장용액 25 ml를 1:1 황산을 가하여 1 l가 되게 한다.

### ③ Ferric chloride 용액

Ferric chloride( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 100 g을 증류수에 녹여 100 ml로 한다.

### ④ 에탄올 : 95%

### ⑤ STRactan 10<sup>Ⓣ</sup>.(Arabinogalactan)

### ⑥ Cadmium sulfate - STRactan 용액

$3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  8.6 g을 증류수 약 600 ml에 녹인 후, STRactan 10<sup>Ⓣ</sup>.(Arabinogalactan) 20 g을 가하고 증류수로 1 l까지 희석한다.

### ⑦ 수산화나트륨 용액

수산화나트륨 0.6 g을 증류수에 녹여 1 l가 되게 한다.

### ⑧ Cadmium hydroxide-STRactan 흡수액

Cadmium sulfate - STRactan 용액 5 ml와 수산화나트륨 용액 5 ml를 임핀저에 바로 넣어 혼합한다. 이 용액은 3 - 5 일간 안정하다.

### ⑨ Sodium sulfide 저장용액

①  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  35.28 g을 끓여서 식힌 증류수 1 l에 녹인다.

- ㉔ 질소공기중 및 냉장상태에서 보관
- ㉕ 공기산화를 최소화 하기 위해 질소공기로 치환된 iodine 플라스크내에서 표준 iodine 및 thiosulfate 용액으로 표준화 한다.
- ㉖ Sulfide 용액의 농도는 대략 4,700  $\mu\text{g sulfide/ml}$  이다.(정확한 농도는 회석하기 전에 iodine-thiosulfate 용액으로 표준화하여 결정해야 한다.)
- ⑩ Sodium sulfide 표준용액
  - ㉑에서 제조한 용액 25 ml를 취하여 끓여서 식힌 증류수를 가해 250 ml가 되게 한다. 이 용액은  $\text{H}_2\text{S}$  500  $\mu\text{g/ml}$ 에 해당한다.
  - \* 정확한 농도를 알기 위해서는 표준용액이 담긴 플라스크를 이산화탄소 또는 질소 같은 불활성 가스로 용기내의 공기를 치환 시킨 후 과량의 표준 iodine를 첨가하여 산성화 시키고 표준 thiosulfate 와 지시약으로 전분을 사용하여 역적정 함으로서 알 수 있다.

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 모든 초자기구는 다음의 절차에 따라 철저히 세척해야한다.
  - ㉔ 비눗물과 수돗물 로 씻은 다음 증류수로 헹구어 낸다.
  - ㉕ 1:1 또는 진한 질산에 30 분간 담구어 둔 후 수돗물, 증류수, 2차 증류수 순서로 헹구어 낸다.
- ② 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ③ 흡수액 10 ml를 임핀저에 넣고 시료채취 직전에 95% 에탄올 5 ml를 첨가한 후 시료를 채취한다. 에탄올은 임핀저내의 흡수액에 공기가 통과시 거품이 생기는 것을 방지한다. 임핀저는 빛을 차단하도록 알루미늄 호일로 감싼다.
- ④ 시료채취 바로 전에 시료채취기를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ⑤ 고농도의 공기중 황화수소를 측정하고자 할 때에는 시료공기량이 2ℓ가 되도록 하는 것이 좋으며 유량은 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 10분 동안 시료를 채취한다. 이 때 유량은 변동은  $\pm 5\%$  이내 이어야 한다.
- ⑥ 시료채취시 온도와 기압을 측정 기록한다.
- ⑦ 채취후 임핀저를 그대로 파라필름으로 밀봉하여 실험실로 옮긴다. 임핀저의 각부위에는 황화카드뮴의 침전물이 부착되어 있어 다른 용기에 옮기는 과정에서 시료의 손실이 크기 때문이다. 임핀저는 고무 뚜껑이 아닌 것을 사용해야 하며 fritted bubbler 형태의 임핀저도 시료의 손실이 일어나므로 사용할 수 없다.

- ⑧ 가능하면 신속히 분석해야하고 24시간 이내에 분석하는 것이 바람직 하다. 시료의 손실이 없도록 주의하고 보관은 냉장보관 하도록 한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 임핀저의 흡수액은 250 ml의 용량플라스크에 옮기되 임핀저에 침전된 황화카드뮴이 모두 씻겨 지도록 한다. 50 ml의 증류수로 임핀저를 2번 씻어내고 침전된 황화카드뮴을 수거하기 좋도록 깨끗한 유리봉에 고무판을 끼워 닦아내어 모두 플라스크로 옮긴다. 임핀저의 공기흡수 통과관도 20 ml의 증류수로 씻어내어 침전된 황화카드뮴을 플라스크로 옮긴다. 최종적으로 20 ml의 증류수로 플라스크의 입구와 내벽을 씻어 내려 시료용액에 합한다.
- ② 15 ml의 amine test solution을 플라스크에 첨가하는데 임핀저의 공기흡수 통과관을 통하여 첨가한다. 그리고 천천히 흔들어 H<sub>2</sub>S의 손실없이 섞어준다.
- ③ 0.5 ml의 염화제2철(Ferric chloride) 용액을 넣고 섞은 후 증류수로 250 ml의 눈금까지 채운다. 20분간 그대로 방치한다.
- ④ 흡수액 10 ml로 시료의 전처리와 동일하게 처리하여 분광광도분석기의 “0”점 조절 용으로 사용한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 10 ml 의 흡수액을 넣은 250 ml의 플라스크 6개를 준비하여 각각 표준 sulfide 용액을 황화수소 0, 20, 40, 80, 120, 160  $\mu$ g에 해당하는 양만큼 넣는다.
- ② 증류수 90 ml를 넣는다.
- ③ amine-test 용액 15 ml를 가한 후 천천히 흔들어 섞는다.
- ④ 염화제이철을 0.5 ml를 가하고 증류수로 250 ml까지 채운 후 20 분간 방치한다.
- ⑤ 670 nm에서 흡광도를 측정하여 황화수소량에 따른 흡광도의 검량선을 작성하여 분석한다.

(나) 분석

흡광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 하여 분석한다.

※ 파장 : 670 nm

(6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가) 검량선으로부터 얻은 황화수소의 양을 채취한 공기량으로 나누어 농도를 산출한다.

$$C = \frac{\mu\text{g H}_2\text{S}}{\text{시료채취 공기량}(\ell)}$$

C : 분석값(mg/m<sup>3</sup>)

(나) 부피비 단위의 농도는 다음과 같이 산출한다.

$$\text{ppm} = (\text{mg/m}^3) \times (24.45/\text{분자량}) \times (760/p) \times ((T+273)/298)$$

P : 측정시 대기압, mmHg

T : 측정시 온도, °C

## (7) 기타분석방법

여과 및 고체채취하여 채취 후 이온크로마토그래피로 분석하는 방법<sup>2)</sup>

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): S4. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6013. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-067

## 알데하이드류( I )

1. 물질명 : 글루타르알데히드(Glutaraldehyde), 포름알데히드(Formaldehyde), 아세트알데히드(Acetaldehyde)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	글루타르알데히드	포름알데히드	아세트알데히드
화학식	O=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH=O	HCHO	CH <sub>3</sub> CHO
CAS No.	111-30-8	50-00-0	75-07-0
분자량	100.12	30.03	44.05
비중(20℃)	0.72	1.067(공기=1)	0.78(at 25℃)
끓는점(℃)	188	-19.5	20.4
증기압(mmHg, 20℃)	17	-	750

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
글루타르알데히드	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	C0.2	C0.7	C0.05(A4)	C0.2(A4)	-	-
포름알데히드	TWA	1(A2)	1.5(A2)	-	-	0.75Ca	-
	STEL/Ceiling(C)	2(A2)	3(A2)	C0.3(A2)	C0.37(A2)	2Ca	-
아세트알데히드	TWA	100	180	-	-	200	360
	STEL/Ceiling(C)	150	270	C28(A3)	C45(A3)	-	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1048)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래프법

- 작성일자 : 1998. 12; 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 2,4-DNPH coated silicagel cartridge</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.1 - 1.5 l/min</p> <p>(4) 총량 : 48 l (0.1 l/min)</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>· 냉장보관 (시료채취 후 가급적이면 2주 이내 분석하는 것이 좋고 결코 30일 이상 냉장보관해서는 안됨)</li> <li>· 실온에서의 방치기간은 2일을 초과해서는 안된다.</li> </ul> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : DNPH-aldehyde 유도체 분석</p> <p>(2) 기기 : HPLC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Acetonitrile 10 ml로 탈착</p> <p>(2) 효율: 0.99 - 1.12(15.98 µg/sample ~63.94 µg/sample)</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 범 위 : 15.98 ~ 63.94 µg/시료</p> <p>5. 정 밀 도 : 0.008</p> <p>6. 검출한계 : 0.05 µg/시료</p> <p>7. 적용 : 8시간 TWA나 STEL치 측정가능</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 알데히드를 2,4-DNPH가 코팅된 실리카로 채취하여 hydrazone 유도체를 형성시킨 후 acetonitrile로 탈착시켜 HPLC를 이용하여 분석한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기구 : Sep-pak silica gel cartridge(reagent - coated silica, 2,4 - Dinitrophenylhydrazine, 300mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.0 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) HPLC, detector : ultraviolet visible
- (라) Column : Nova-Pak<sup>®</sup>C<sub>18</sub> 3.9 x 150 mm
- (마) 진공펌프
- (바) 용량플라스크 : 10 ml
- (사) 마이크로 실린지 또는 자동시료 주입장치
- (아) 피펫
- (자) 주사기 : 10 ml

**(3) 시약**

- (가) 2, 4-Dinitrophenylhydrazine(2,4-DNPH) : 시약등급
- (나) 염산
- (다) Formalin solution : 37%
- (라) 포름알데히드 표준원액, ca. 1 mg/ml
  - ① 37% 포르말린 용액 2.7 ml에 증류수를 가하여 1ℓ가 되게 한다.(약 3개월간 안정)
  - ② 1.13M sodium sulfite 5 ml를 50 ml 비이커에 넣고 자석교반기로 저어주면서 산 또는 염기용액을 가하여 pH를 8.5-10으로 조정하고 pH 농도를 기록한다.
  - ③ ①에서 조제한 용액 10 ml를 가한다 이때 pH는 11 이상이 되는데 0.02 N 황산 용액을 가하여 3.4.2에서의 pH로 맞춘다.(약 17 ml정도의 산이 필요함) pH농도를 지나치게되면 0.01 N NaOH로 재 조절한다.
  - ④ 농도계산

$$C_s = \frac{30.0(N_a V_a - N_b V_b)}{V_s}$$

30.0 : 30.0g/equivalent of formaldehyde  
 Na : 황산의 노르말농도(0.02 N)  
 Va : 적정에 사용된 황산의 부피(ml)  
 Nb : 역적정에 사용된 수산화나트륨이 노르말농도(0.01 N)  
 Vb : 역적정에 사용된 수산화나트륨의 부피(ml)  
 Vs : ①에서 조제한 용액의 첨가량(10 ml)

- (마) 표준용액(2,4-DNPH-Formaldehyde) : 구입하여 사용할 수도 있음.
  - ① 2 M HCl 용액 1 ℓ를 조제 : 진한 염산 172ml를 1 ℓ vol. flask에 넣은 후 증류수

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

를 서서히 첨가하여 1 ℓ로 만든다.

- ② 2,4-DNPH 8 g을 정확히 달아 1.에서 조제한 2 M HCl 용액에 첨가한 후 20 ~ 25 °C에서 한시간 정도 저으면서 포화시킨다.
  - ③ 0.45 μm, 친수성 여과지를 사용하여 여과한다.
  - ④ 3.에서 여과된 용액에 2.에서 첨가한 DNPH 보다 2 molar 이상의 포름알데히드 양을 첨가한 후 20 °C ~ 25 °C에서 저으면서 30분에서 1시간 정도 방치한다.
  - ⑤ 4.에서 형성된 진한 노란색의 hydranone를 다시 여과한다. 이 때 2 M HCl용액 50ml씩 3회 반복 hydrazone를 세척하고 난 후 다시 증류수 50 ml씩 사용하여 3회 반복 세척한다.
  - ⑥ 50 ~ 60 °C에서 필터를 건조시킨다.
  - ⑦ ⑥에서 건조된 유도체를 적당량 정확히 달아 acetonitrile 용액에 녹여 표준저장 용액을 만든다.
- ※ hydrazone 1 μg은 포름알데히드 농도로 약 0.143μg에 해당하며 정확한 농도는 HPLC나 다른 표준용액을 이용하여 순도를 검정한 후 사용해야 한다.

(바) 2,4-DNPH-acetaldehyde: 상업적으로 구입가능

(사) 2,4-DNPH-glutaraldehyde: 상업적으로 구입가능

(아) 탈이온수

(자) 3.9 헬륨 : HPLC 용 고순도

#### 4. 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취기, 펌프 순으로 연결하여 0.2 ~ 1.5ℓ/분에서 정확한 유량으로 12 ~ 96 ℓ정도 시료를 채취한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 시료 채취기 양 끝단을 마개로 막은 후 테프론 테이프등으로 실링 처리한 후 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 시료채취기로부터 양쪽 마개를 제거한 후 주사기에 탈착용액인 acetonitrile 10ml 를 취해 시료채취시의 공기 흡입방향과 반대방향으로 결합시킨다.
- ② 10 ml 마개가 있는 용량플라스크에 서서히 주사기 피스톤을 밀어 넣으면서 탈착시킨다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

※ 탈착용액의 주입속도는 3 ml/min 미만을 유지해야한다. 너무 빠른 속도로 탈착을 시킬 때는 탈착효율이 떨어짐.

- ③ 용량플라스크의 눈금을 이용하여 정확히 10 ml가 되게 한다.
- ④ 용량플라스크의 막개를 막고 흔들어 완전히 혼합시킨다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6 개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 20  $\mu$ l
  - ㉡ 검출기 : UV, 360 nm
  - ㉢ 이동상 및 속도
    - 45 : 55(acetonitrile : water)
    - 1.3 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

### (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(M_S - M_B)}{V}$$

- C : 포름알데히드의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- M<sub>S</sub> : 시료채취기의 aldehyde( $\mu$ g)
- M<sub>B</sub> : 공시료의 aldehyde( $\mu$ g)
- V : 시료채취 총량 (l)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

\* 주의: Sep-pak silica gel cartridge 경우 시료채취 전·후의 시료채취기에 존재하는 2,4-DNPH의 양이 50% 이상 차이가 날 때는 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. EPA: Compendium of methods for the determination of toxic organic compounds in Ambient air, TO5, TO11, EPA, NC(1988)
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2016. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-068
---------

## 알데하이드류(Ⅱ)

1. 물질명 : 글루타르알데히드(Glutaraldehyde), 포름알데히드(Formaldehyde), 아세트알데히드(Acetaldehyde)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	글루타르알데히드	포름알데히드	아세트알데히드
화학식	O=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH=O	HCHO	CH <sub>3</sub> CHO
CAS No.	111-30-8	50-00-0	75-07-0
분자량	100.12	30.03	44.05
비중(20℃)	0.72	1.067(공기=1)	0.78(at 25℃)
끓는점(℃)	188	-19.5	20.4
증기압(mmHg, 20℃)	17	-	750

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
글루타르알데히드	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	C0.2	C0.7	C0.05(A4)	C0.2(A4)	-	-
포름알데히드	TWA	1(A2)	1.5(A2)	-	-	0.75Ca	-
	STEL/Ceiling(C)	2(A2)	3(A2)	C0.3(A2)	C0.37(A2)	2Ca	-
아세트알데히드	TWA	100	180	-	-	200	360
	STEL/Ceiling(C)	150	270	C25(A3)	C45(A3)	-	-

\* Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1048)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 1999. 8; 2003. 12(1차 개정)
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 2,4-DNPH coated silica gel tube(300/150mg) (3) 시료채취 유량 : 0.1 - 1.5 ℓ/min (4) 총량 : 12 ~ 96 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 냉장보관(시료채취 후 30일 이내 분석실시)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : DNPH-aldehyde 유도체를 유도하여 분석 (2) 기기 : GC-NPD  2. 탈착 (1) 방법 : Acetonitrile 2 ml로 탈착 (2) 효율 : 99.4% - 106%(15.98 μg/sample ~ 63.94 μg/sample)  3. 검량선 :  4. 범 위 : 15.98 ~ 63.94 μg/시료  5. 정밀도: 0.009  6. 검출한계: 0.060μg/ml  7. 적용 : 8시간 TWA나 STEL치 측정가능

##### (1) 원리

작업환경중의 알데히드를 2,4-DNPH가 코팅된 실리카로 채취하여 hydrazone을 형성시킨 후 acetonitrile로 탈착시켜 GC-NPD를 이용하여 분석한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 채취기구 : 흡착튜브 (2,4 -Dinitrophenylhydrazine-coated silica gel tube, 300 mg/150 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.1 - 1.5 ℓ/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : NPD
- (라) Column : HP-5, 5 m x 0.32 mm x 0.25 μm
- (마) 바이엘 : 2ml, 4 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 피펫

(3) 시약

- (가) 2, 4-Dinitrophenylhydrazine(2,4-DNPH) : 시약등급
- (나) 염산
- (다) Formalin solution : 37%
- (라) 포름알데히드 표준용액, ca. 1 mg/ml
  - ① 37% 포르말린 용액 2.7 ml에 증류수를 가하여 1ℓ가 되게 한다.(약 3개월간 안정)
  - ② 1.13M sodium sulfite 5 ml를 50 ml 비이커에 넣고 자석교반기로 저어주면서 산 또는 염기용액을 가하여 pH를 8.5-10으로 조정하고 pH 농도를 기록한다.
  - ③ ②에서 조제한 용액 10 ml를 가한다 이때 pH는 11 이상이 되는데 0.02 N 황산 용액을 가하여 3.4.2에서의 pH로 맞춘다.(약 17 ml정도의 산이 필요함) pH농도를 지나치게되면 0.01 N NaOH로 재 조절한다.
  - ④ 농도계산

$$C_s = \frac{30.0(N_a V_a - N_b V_b)}{V_s}$$

- 30.0 : 30.0g/equivalent of formaldehyde
- N<sub>a</sub> : 황산의 노르말농도(0.02 N)
- V<sub>a</sub> : 적정에 사용된 황산의 부피(ml)
- N<sub>b</sub> : 역적정에 사용된 수산화나트륨의 노르말농도(0.01 N)
- V<sub>b</sub> : 역적정에 사용된 수산화나트륨의 부피(ml)
- V<sub>s</sub> : ①에서 조제한 용액의 첨가량(10 ml)

(마) 표준용액(2,4-DNPH-Formaldehyde) : 구입하여 사용할 수도 있음.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 2 M HCl 용액 1 ℓ를 조제 : 진한 염산 172ml를 1ℓ vol. flask에 넣은 후 증류수를 서서히 첨가하여 1 ℓ로 만든다.
- ② 2,4-DNPH 8 g을 정확히 달아 1.에서 조제한 2 M HCl 용액에 첨가한 후 20 ~ 25 °C에서 한시간 정도 저으면서 포화시킨다.
- ③ 0.45 μm, 친수성 여과지를 사용하여 여과한다.
- ④ ③에서 여과된 용액에 2.에서 첨가한 2, 4 -DNPH 보다 2 molar 이상의 포름알데히드양을 첨가한 후 20 °C ~ 25 °C에서 저으면서 30분에서 1시간 정도 방치한다.
- ⑤ 4.에서 형성된 진한 노란색의 hydrazone를 다시 여과한다. 이 때 2 M HCl용액 50ml씩 3회 반복 hydrazone를 세척하고 난 후 다시 증류수 50 ml씩 사용하여 3회 반복 세척한다.
- ⑥ 50 ~ 60 °C에서 필터를 건조시킨다.
- ⑦ ⑥에서 건조된 유도체를 적당량 정확히 달아 acetonitrile 용액에 녹여 표준저장 용액을 만든다.

※ hydrazone 1 μg은 포름알데히드 농도로 약 0.143μg에 해당하며 정확한 농도는 HPLC나 다른 표준용액을 이용하여 순도를 검정한 후 사용해야 한다.

- (바) 2,4-DNPH-acetaldehyde: 상업적으로 구입가능
- (사) 2,4-DNPH-glutaraldehyde: 상업적으로 구입가능
- (아) 탈이온수
- (자) 헬륨 : HPLC 용 고순도

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취기, 펌프 순으로 연결하여 0.2 - 1.5ℓ/분에서 정확한 유량으로 12 - 96 ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 4 ml 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유는 버린다.
- ② 각 바이엘에 2 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 알데히드 표준원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE, \%)} = (\text{검출량/주입량}) \times 100$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고 하는대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스 : 헬륨 6 ml/min
  - ㉢ Split ratio(10 : 1)
  - ㉣ 온도 : 도입부(Injector) : 220  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 2분(100  $^{\circ}$ C); 35 $^{\circ}$ C/분; 5분(160 $^{\circ}$ C)
  - ㉤ 검출부 : 온도- 220  $^{\circ}$ C, 수소유량- 3.5ml/분, 공기유량-110ml/분

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 100}{V \times DE(\%)}$$

C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

$W_f$  : 시료 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

$W_b$  : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

$B_f$  : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

$B_b$  : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu\text{g}$ )

V : 채취 공기량( $\ell$ )

DE : 탈착효율(%)

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

산업안전보건연구원: 특정화학물질 분석방법 연구(포름알데히드), 1998

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-069
---------

## 메틸클로라이드

1. 물질명 : 메틸클로라이드(Methyl chloride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸클로라이드
화학식	CH <sub>3</sub> Cl
CAS No.	74-87-3
분자량	50.49
비중(20℃)	1.8(air=1)
끓는점(℃)	-24.2
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	105	50(A4)	103(A4)	100	205
STEL/Ceiling(C)	100	205	100(A4)	207(A4)	200(C)	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(두개의 활성탄관을 연결하여 채취, 400mg/200mg과 100mg/50mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.1 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 0.4 ℓ 최대 : 3 ℓ  2. 운반 : 냉장  3. 시료의 안정성 : 25 ℃ 7일후 95% 회수  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법: 3ml methylene chloride로 탈착 (2) 효율: 99%(0.16~0.62mg/시료)  3. 검량선 : 0.01~1 mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.1 - 1 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.017(0.16-0.62 mg/시료)  5. 검출한계 : 0.01 mg/시료  6. 적 용 : STEL 정량에 적용할 수 있음.  7. 방해작용 : 보고 되지 않음.

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 메틸렌클로라이드로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(두개의 활성탄관을 연결하여 채취, 400mg/200mg과 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.1 l/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 1.2m x 6 mm OD, 80/100 mesh Chromosorb 102
- (마) 유리병 : 15 ml, PTFE-lined septum caps
- (바) 시린지(gas tight) : 10 µl, 0.1-1 ml
- (사) 피펫
- (아) 탈착용 기구 : 유리관(30ml/min 정도의 질소가 흐를 수 있는), T-연결관, septum

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 메틸렌클로라이드(메틸클로라이드 free)
- (나) 분석물질 : 메틸클로라이드, 99.5 %
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 두 개의 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.1 l/min에서 정확한 유량으로 0.4l-3 l 정도 시료를 채취한다(STEL : 0.1 l/min으로 15분간, TWA : 0.01 l/min으로 50 - 300분 정도)
  - ④ 흡착튜브를 마개로 막고 냉장 보관하여 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 유리병에 탈착액 3 ml 씩을 넣는다.
  - ② 400 mg/200 mg 활성탄관(front sampler tube)의 뒤 층과 앞 층을 순서대로 유리병에 넣어준 후 즉시 마개를 하고 부드럽게 흔들어 준다.
  - ③ 6시간 이내에 분석한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 유리병에 탈착액 3 ml 씩을 넣고 마개를 한다.
  - ㉡ Gas-tight 시린지를 이용하여 기지량의 메틸클로라이드 가스를 유리병의 septum을 통해 탈착액에 천천히 버블링 시키면서 넣어준다.
  - ㉢ 표준용액을 분석하여 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ Gas-tight 시린지를 이용하여 기지량의 메틸클로라이드 가스(0.005-0.5 ml)를 질소가 흐르고 있는 400mg/200mg의 활성탄관에 탈착용 기구의 septum을 통해 넣어준다.
  - ㉡ 질소를 1분간 흘려준 후, 흡착튜브에 마개를 하고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉢ 시료의 전처리 1)-3)의 방법으로 탈착시킨다.
  - ㉣ 분석하여 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C
    - 검출부(Detector) : 260  $^{\circ}$ C
    - 칼 럼(Column) : 100  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.
- ③ 동 분석 조건에서 메틸클로라이드는 탈착액인 메틸렌클로라이드 보다 먼저 용리된다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1001. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-070
---------

에 피클로로히드린

1. 물질명 : 에 피클로로히드린(Epichlorohydrin)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에 피클로로히드린
화학식	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> OCl
CAS No.	106-89-8
분자량	92.53
비중(20℃)	1.1812
끓는점(℃)	117.9
증기압(mmHg, 20 ℃)	12.5

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	2	10	0.5(A3)	1.9(A3)	5	19
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 2 ℓ 최대 : 30 ℓ  2. 운반 : 일반적 방법  3. 시료의 안정성 : 25 ℃ 최소 2주간  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 1ml로 탈착 (2) 효율 : 90.5%(0.04~1.2 mg/시료)  3. 검량선 : 0.001~1.2 mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.04 - 1.2 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.031  5. 검출한계 : 0.001 mg/시료  6. 적 용 :  7. 방해작용 : 확인되지 않음.

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 이황화탄소로 탈착 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (라) Column : Glass, 1.8m x 2 mm, 80/100 mesh Chromosorb 101
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10,100  $\mu$ l
- (사) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 크로마토그래프 등급
- (나) 분석물질 : 에피클로로히드린, 시약등급
- (다) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/min에서 정확한 유량으로 2l - 30l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.001 - 1.2mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.

- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리용 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정한지를 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 20 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 175  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 215  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 135  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1010. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-071
---------

## 1, 3-부타디엔

1. 물질명 : 1, 3-부타디엔(1, 3-Butadiene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	1,3-부타디엔
화학식	$\text{CH}_2=\text{CHCH}=\text{CH}_2$
CAS No.	106-99-0
분자량	54.09
비중(20℃)	1.9(air=1)
끓는점(℃)	-4.4
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10(A2)	22(A2)	2(A2)	4.4(A2)	1	2.21
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	5	11

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브[Charcoal coated with 4-tert-butylcatechol(TBC), 100mg/50mg]</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.05 l/min</p> <p>(4) 채취부피 : 3L at 0.05 L/min</p> <p>2. 운반 : 냉동</p> <p>3. 시료의 안정성 : 96% 이상 회수, 2 주간 냉동 보관시</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1ml CS<sub>2</sub> 1시간 탈착</p> <p>(2) 효율: 96.4%(3.86~13.5mg/시료)</p> <p>3. 검량선 : 1,3-부타디엔 표준가스 정확한 양을 1ml CS<sub>2</sub>에 가하여 제조</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 3.86 - 13.5 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.011</p> <p>5. 검출한계 : 0.6 μg/시료</p> <p>6. 적 용 :</p> <p>7. 방해작용 :</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 4-tert-butylcatechol(TBC)가 코팅된 활성탄관으로 채취하여 이황화탄소로 탈착 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 4-tert-butylcatechol(TBC)가 코팅된 활성탄관, 100mg/50mg
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 ℓ/min 유량이 가능한 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 6m x 3.2mm, 20% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb W-AW-DMCS
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지
- (사) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 이황화탄소, 시약등급
- (나) 분석물질 : 1,3-부타디엔 표준가스, 고순도
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.5 ℓ/min의 정확한 유량으로 3ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 냉동 보관하여 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 격렬히 흔들어주면서 1시간 정도 방치한다.
- ④ 탈착후 4시간 이내의 분석이 어려운 경우에는 활성탄으로부터 CS<sub>2</sub>를 분리하여야 한다. 이러한 분리 절차는 탈착된 시료의 안전성을 향상시켜준다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료의 농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질(표준가스)을 주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 냉동 보관한다.
- ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 0.8  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 180  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 275  $^{\circ}$ C  
칼럼(Column) : 95  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 56. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1024. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-0672
----------

## 메틸 n-아밀케톤

1. 물질명 : 메틸 n-아밀케톤(Methyl n-amyl ketone)

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸 n-아밀케톤
화학식	CH <sub>3</sub> CO(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>
CAS No.	110-43-0
분자량	114.19
비중(15℃)	0.820
끓는점(℃)	151
증기압(mmHg, 20 ℃)	2

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	50	235	50	233	100	465
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 1 ℓ 최대 : 25 ℓ  2. 운반 : 일반적 방법  3. 시료의 안정성 : 알려지지 않음  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 1% Methanol 함유 CS <sub>2</sub> 1ml로 탈착 (2) 효율: 90.6%(0.5~10 mg/시료)  3. 검량선 : 0.05~5mg/시료에 첨가하여 제조  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.5 - 10 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.012  5. 검출한계 : 0.05 mg/시료  6. 적 용 : 동 방법은 활성탄관을 CS <sub>2</sub> 만으로 추출할 때보다 우수한 탈착효율을 얻기 위해 개발되었으며, 페인트와 수지 제조 공장에서 사용될 수 있음.  7. 방해작용 : 확인되지 않음.

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 1%의 메탄올을 함유한 이황화탄소로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2  $\ell$ /min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 3m x 3mm, 10% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb W-AW
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10  $\mu\ell$
- (사) 피펫

## (3) 시약

- (가) 탈착액 : 1% 메탄올 in 이황화탄소, 크로마토그래피 등급
- (나) 분석물질 : 메틸 n-아밀케톤, 시약등급
- (다) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

## (4) 채취 및 처리

### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2  $\ell$ /min에서 정확한 유량으로 1 $\ell$ -25 $\ell$  정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.05 - 5mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정함을 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 100  $^{\circ}$ C to 200  $^{\circ}$ C(10  $^{\circ}$ C/min)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1301. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-073
---------

## 비닐아세테이트

1. 물질명 : 비닐아세테이트(Vinyl acetate)

2. 물리·화학적 특성

구 분	비닐아세테이트
화학식	CH <sub>2</sub> =CHOOCCH <sub>3</sub>
CAS No.	108-05-4
분자량	86.09
비중(20℃)	0.934
끓는점(℃)	72.7
증기압(mmHg, 20 ℃)	83

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	30	10(A3)	35(A3)	-	-
STEL/Ceiling(C)	20	60	15(A3)	53(A3)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(Carbon molecular sieve; 160mg/80mg; ORBO or equivalent)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.1 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 채취부피 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 0.75 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 24 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 5 ℃ 최소 30일</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1ml 95:5 methylene chloride:methanol 용액으로 탈착</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 검량선 : 비닐아세테이트를 탈착용매에 넣어 제조</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.003 - 8.7 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.018</p> <p>5. 검출한계 : 0.001 mg/시료</p> <p>6. 적 용 : 전장치 노출기준 평가를 위한 측정에 적용 가능함.</p> <p>7. 방해작용 : 안정화되지 않거나, 반응억제제가 소모된 비닐아세테이트는 폴리머화될 수 있고, 함께 채취된 물질 중 비닐아세테이트와 반응 가능한 성분은 잠재적 방해 물질임. 또한 산, 염기, 자유라디칼 기폭제는 시료채취 중이나 후에 비닐아세테이트와 반응할 수 있음.</p>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브(carbon molecular sieve)로 채취하여 메틸렌클로라이드 : 메탄올(95:5) 용액으로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(carbon molecular sieve, 160mg/80mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.1 - 0.2 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Capillary, fused silica, 30m×0.32 mm, 1 $\mu$ m 5%-(phenyl)-methylpolysiloxane
- (마) 바이알 : 2 ml, PTFE-lined caps
- (바) 시린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 메틸렌클로라이드:메탄올 용액(95:5)
- (나) 분석물질 : 비닐아세테이트(실용 등급, 275-325 ppm 디페닐아민 반응억제제 함유)
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.1 - 0.2 l/min에서 정확한 유량으로 0.75 l -24 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 흡착튜브를 마개로 막고 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적절한지를 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 1-2 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 210  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 260  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 35  $^{\circ}$ C, 5min to 50 $^{\circ}$ C(5 $^{\circ}$ C/min)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1453. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 51. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-074
---------

초산

1. 물질명 : 초산(Acetic acid)

2. 물리·화학적 특성

구 분	초산
화학식	CH <sub>3</sub> COOH
CAS No.	64-19-7
분자량	60.05
비중(25℃)	1.049
끓는점(℃)	118
증기압(mmHg, 20 ℃)	11.4

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	25	10	25	10	25
STEL/Ceiling(C)	15	37	15	37	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 채취부피 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 20 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 300 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 ℃ 최소 7일간</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법:Formic acid 1ml로 60분간 탈착</p> <p>(2) 효율: 96.4%(2.1~8.4 mg/시료)</p> <p>3. 검량선 : 0.01~10 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 10 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.007(0.3 - 5 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적 용 : 90%의 상대습도의 조건에서 39 mg/m<sup>3</sup>의 농도에서 4.6시간 동안 측정 시에 파괴되지 않음</p> <p>7. 방해작용 : 개미산은 공시료와 차이가 있는 정도의 소량의 초산을 함유하므로적정한 검출한계를 얻기 위해 고순도의 개미산을 사용해야 함.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 개미산(formic acid)으로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1.0 ℓ/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 1m x 4 mm, 60/80 mesh Carbopack B/3% Carbowax 20M/0.5% 인산
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : Formic acid(88-95%, 초산 0.02% 이하)
- (나) 분석물질 : 초산, 시약등급
- (다) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1.0 ℓ/min에서 정확한 유량으로 20 ℓ-300 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 마개로 막아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 1시간 정도 방치한다.

**(5) 분석과정**

- (가). 검량선 작성과 정도관리



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 시료농도(0.01-10 mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리용 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정한지를 평가한다.

(나). 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 60 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 230  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 230  $^{\circ}$ C  
 칼 럼(Column) : 100  $^{\circ}$ C 등온 분석  
 또는 130  $^{\circ}$ C to 180  $^{\circ}$ C(10  $^{\circ}$ C/min) 승온 분석

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1603. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method ID-186SG. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV2119. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
4. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-075
---------

## 아세토니트릴

1. 물질명 : 아세토니트릴(Acetonitrile)

2. 물리·화학적 특성

구 분	아세토니트릴
화학식	CH <sub>3</sub> CN
CAS No.	75-05-8
분자량	41.06
비중(20℃)	0.783
끓는점(℃)	82
증기압(mmHg, 20 ℃)	89

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	40	70	20(A4)	34(A4)	40	70
STEL/Ceiling(C)	60	105	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 400mg/200mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 1 ℓ 최대 : 25 ℓ  2. 운반 : 냉동팩으로 차갑게 하여 운반  3. 시료의 안정성 : 5 ℃ 최소 30일간  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 2ml의 85:15(v/v) methylene chloride: methanol 용액으로 초음파 탈착 (2) 효율: 101.9%(0.039~0.275mg/시료)  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 2.6-2000 µg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.015  5. 검출한계 : 0.8 µg/시료  6. 적 용 : 과과부피를 고려하여 400mg/200mg 의 활성탄관을 사용하였음. 높은 상대습도 조건하에서 흡착용량은 평가되지 않았음.  7. 방해작용

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 메틸렌클로라이드:메탄올(85:15) 용액으로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 400mg/200mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Capillary, fused silica, 30m×0.32 mm, 1μm crossbonded PEG, stabilwax<sup>Ⓡ</sup>
- (마) 바이알 : 4 ml Glass, PTFE-lined screw caps
- (바) 마이크로시린지 : 10 μl to 1 ml
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫
- (자) 냉동팩

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : Methylenechloride:Methanol(85:15) 용액, HPLC 등급
- (나) 분석물질 : 99.9% 이상
- (다) 헬륨(He)
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/min에서 정확한 유량으로 1 l-25 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 마개로 막아 냉동팩으로 차갑게 하여 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 2 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
  - ③ 초음파 수조에서 45분간 탈착 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 기지농도의 저장(stock)용액을 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 몇 분간 공기평형 시킨다.
  - ㉣ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉤ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉥ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 2.4 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 35  $^{\circ}$ C, 4 min to 150  $^{\circ}$ C(12  $^{\circ}$ C/min)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1606. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-076

## 2, 3-에폭시-1-프로판올

1. 물질명 : 2, 3-에폭시-1-프로판올(글리시돌)(2,3-Epoxy-1-propanol, Glycidol)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	2,3-에폭시-1-프로판올
화학식	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>
CAS No.	556-52-5
분자량	74.08
비중(20℃)	1.117
끓는점(℃)	167
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.9

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	25	75	2(A3)	6.1(A3)	50	150
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 5 ℓ 최대 : 100 ℓ  2. 운반 : 4 ℃  3. 시료의 안정성 : 4 ℃에서 최소 7일간  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : Tetrahydrofuran 0.5 ml로 30분 간 탈착 (2) 효율: 92%(3.8~15 mg/시료)  3. 검량선 : 0.1~22mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.8 - 22 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.016  5. 검출한계 : 평가되지 않음  6. 적 용 : 높은 상대습도는 시료채취시의 파괴부피를 크게 감소시킴.  7. 방해작용 : 확인되지 않음

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 테트라하이드로퓨란으로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 3m×2mm, 10% FFAP on 100/120 mesh Chromosorb W-HP
- (마) 바이알 : 1 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10 μl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : Tetrahydrofuran, 크로마토그래피 등급
- (나) 분석물질 : 2,3-에폭시-1-프로판올(글리시돌), 시약등급
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1 l/분에서 정확한 유량으로 5 l - 100 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 냉장(4℃) 보관하여 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 0.5 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.1-22 mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 4℃에서 보관한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정함을 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225 °C  
 검출부(Detector) : 260 °C  
 칼럼(Column) : 155 °C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1608. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-077

## 1, 2-에폭시프로판

1. 물질명 : 1, 2-에폭시프로판(프로필렌옥사이드)(1,2-Epoxypropane, Propylenoxide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	1,2-에폭시프로판 (프로필렌옥사이드)
화학식	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O
CAS No.	75-56-9
분자량	58.08
비중(20℃)	0.8287
끓는점(℃)	34
증기압(mmHg, 20 ℃)	442

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	20	50	2(A3)	4.8(A3)	100	240
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 채취부피 : 최소 : 0.5 ℓ 최대 : 5 ℓ  2. 운반 : 냉장  3. 시료의 안정성 :  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 1 ml로 30분간 탈착 (2) 효율: 88~96%(0.6~2.4mg/시료)  3. 검량선 : 0.01~3mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.03 - 3 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.029(0.6 - 2.4 mg/시료)  5. 검출한계 : 0.01 mg/시료  6. 적 용 :  7. 방해작용 : 확인되지 않음

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 이황화탄소로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Fused silica capillary, 30m × 0.32 mm, 1μm DB-5
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**3. 시약**

- (가) 탈착액 : CS<sub>2</sub>, 크로마토그래피 등급
- (나) 분석물질 : 1,2-에폭시프로판, 시약등급
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 두 개의 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 ℓ/분에서 정확한 유량으로 0.5ℓ -5ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 마개로 막아 냉장 보관하여 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01-3 mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정함을 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 1 ml/min, makeup 29 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 190  $^{\circ}$ C
    - 검출부(Detector) : 255  $^{\circ}$ C
    - 칼 럼(Column) : 40  $^{\circ}$ C, 6 min to 250 $^{\circ}$ C(50 $^{\circ}$ C/min)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1612. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 88. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-078
---------

## 피리딘

1. 물질명 : 피리딘(Pyridine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	피리딘
화학식	C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> N
CAS No.	110-86-1
분자량	79.10
비중(20℃)	0.982
끓는점(℃)	115
증기압(mmHg, 20 ℃)	18

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	15	5	16	5	15
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1 l/min</p> <p>(4) 채취부피 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 18 l</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 150 l</p> <p>2. 운반 : 일반적 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 평가되지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Methylene chloride 1 ml로 30 분간 탈착</p> <p>(2) 효율: 81%(0.8~3.1mg/시료)</p> <p>3. 검량선 : 0.02~4.5mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.3 - 4.5 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.014(0.8 - 3.1 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p> <p>6. 적 용 :</p> <p>7. 방해작용 : 방해의 영향을 피하기 위해 Capillary column(30m×0.32mm,1μm DB-5)의 사용이 가능함.</p>

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 메틸렌클로라이드로 탈착후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(활성탄, 100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 3m×3mm, 5% Carbowax 20M on 80/100 mesh acid-washed DMCS Chromosorb W
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로시린지 : 10 μl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 메틸렌클로라이드, 크로마토그래피 등급
- (나) 분석물질 : 피리딘, 시약등급
- (다) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 1 l/min에서 정확한 유량으로 18l-150l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 마개로 막아 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ※ 톨루엔과 같은 적절한 내부표준물질이 동 단계에서 첨가될 수 있다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분간 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.02-4.5 mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 표준시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정함을 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 260  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 285  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 140  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1613. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 07. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-079
---------

## 디메틸아닐린

1. 물질명 : 디메틸아닐린(Dimethylaniline)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디메틸아닐린
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
CAS No.	121-69-7
분자량	121.18
비중(20℃)	0.956
끓는점(℃)	192
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.5 이하

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	25	5(A4)	25(A4)	5	25
STEL/Ceiling(C)	10	50	10(A4)	50(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(실리카겔 150 mg/75 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.02 - 1.0 ℓ/min (4) 총량 : 최소 : 3 ℓ 최대 : 30 ℓ  2. 운반 : 일반적 방법  3. 시료의 안정성 :  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 1ml 95% ethanol을 넣고 1시간 초음파 처리 (2) 효율 : 99.7%(1.9 mg/ 시료)  3. 검량선 : 0.01~3mg/시료  4. 정 도 (1) 범 위 : 0.05 - 3 mg/시료 (2) 정밀도 : 평가되지 않음  5. 검출한계 : 평가되지 않음  6. 적 용 : 질소-선택성 검출기를 사용하면 감도를 크게 증가시킬 수 있음.  7. 방해작용 : 알려지지 않음. 실리카겔 관은 높은 습도에서 유기화합물의 채취 용량이 감소됨.

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 에탄올로 탈착하여 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(실리카겔, 150 mg/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.02 - 1 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 0.6m x 3mm OD, 80/100 mesh Carbosieve 103
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로 시린지 : 10, 25, 50, 100 µl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫
- (자) 초음파 수조

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 95% Methanol(크로마토그래피 등급, 변성되지 않을 것)
- (나) 분석물질 : 디메틸아닐린, 시약 등급
- (다) 저장용액 : 분석물질을 hexane에 희석하여 제조
- (라) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.02 - 1 l/min에서 정확한 유량으로 3 l - 30 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 흡착튜브를 마개로 막아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
  - ③ 바이알을 초음파 수조에 넣고 1시간 정도 탈착시킨다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01-3 mg/sample 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 표준용액은 추출액에 기지량의 저장용액을 가하여 제조한다.
  - ㉡ 표준용액을 분석하여 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 기지량의 저장용액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 분석하여 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리용 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적절한지를 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 150  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 100  $^{\circ}$ C, 4min to 225  $^{\circ}$ C(8  $^{\circ}$ C/min)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2002. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV 2064. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-080
---------

아미노에탄올 화합물

1. 물질명 : 에탄올아민(Ethanolamine), 2-디에틸아미노에탄올(2-Diethylaminoethanol)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에탄올아민(1)	2-디에틸아미노에탄올(2)
화학식	NH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH
CAS No.	141-43-5	100-37-8
분자량	61.08	117.19
비중(20℃)	1.0180	0.8921
끓는점(℃)	171	163
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.48	1

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
에탄올아민	TWA	3	8	3	7.5	3	6
	STEL/Ceiling(C)	6	15	6	15	-	-
2-디에틸아미노에탄올	TWA	10	50	2	9.6	10	50
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(실리카겔 300 mg/150 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.20 ℓ/min</p> <p>(4) 채취부피 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 4 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 24ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25℃에서 최소 4주간</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 4:1(v/v) 메탄올:물 2 ml를 넣고 가끔씩 흔들어주며 2시간 방치</p> <p>(2) 효율: (2)96.4%(0.6~2.3 mg/시료)</p> <p>3. 검량선 : 0.005~6 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p style="padding-left: 20px;">범 위 : (2)0.1 - 6 mg/시료</p> <p style="padding-left: 20px;">정 밀 도: (1)0.07이하(0.73~1.53mg/시료)</p> <p style="padding-left: 20px;">(2)0.026이하(0.6~2.7mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : (2)0.005 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 광이온화 또는 질소-선택적 검출기를 사용하면 감도를 최소 10배정도 증가시킬 수 있음.</p> <p>7. 방해작용 : 확인되지 않았음. 방해의 문제가 있으면 칼럼과 분리 조건을 변경해야 할 것임.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 4:1(v/v) 메탄올:물 용액으로

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브(실리카겔, 300 mg/150 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 l/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Silanized Glass, 1.8m x 2 mm, 10% Carbowax 20 M + 2% KOH on 80/100 mesh Chromosorb WAW
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로 시린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

## (3) 시약

- (가) 탈착액 : 4:1(v/v) 메탄올:물 용액(물에는 포름알데히드가 포함되지 않아야 함)
- (나) 염기용액 : 0.2 N NaOH이 함유된 탈착액(NaOH 8g/탈착액 1L)
- (다) 분석물질 : 시약 등급
- (라) 0.12 N HCl : 진한염산(38%) 10.0ml에 증류수를 가해 1L가 되게한다.
- (마) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (바) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (사) 여과된 공기

## (4) 채취 및 처리

### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/min에서 정확한 유량으로 4l-24l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 만약 시료를 즉시 분석하지 않거나, 14일 이상 냉장 보관하여야 한다면 다음의 5)의 절차가 필요하다.
- ⑤ 시료채취 후 즉시 실리카겔 관 앞 층과 뒤 층에 각각 진한염산 20 $\mu$ l를 첨가하여 시료를 안정화시킨다.

※ 시료는 중화될 것이고, 적정 크로마토그래피를 위해 염기성의 조건이 되어야 하므로 첨가된 염산의 양은 정확히 파악해야 한다. 실리카겔에 있는 불순물인 철 성분은 산의 첨가로 노란색을 띄게 될 것이다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 2.0 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
- ※ 만약 시료채취 후 염산이 첨가되지 않았다면 추출액에 0.12N HCl 2 ml를 넣고 탈착한다. 산은 탈착효율을 증가 시킨다.
- ③ 가끔 흔들면서 2시간 정도 방치한다.
  - ④ 각 시료 0.5 ml를 다른 바이알에 담은 후 0.5 ml 염기용액을 가하고 마개를 하여 완전히 혼합한다. pH 종이로 용액의 pH를 측정한다. 만약 용액의 pH가 9이하이면 pH가 9이상일 때 까지 염기용액을 가한다.
  - ⑤ 에탄올아민의 경우는 10 $\mu$ l benzaldehyde를 추가로 가해 완전히 혼합한 후 20분간 방치한다. 이때 에탄올아민은 2-benzylideneaminoethanol로 유도체화되어 감도를 높여준다. 만약 시료의 농도가 높다면 유도체화되지 않은 에탄올아민도 동 방법에 의해 분석될 수 있다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.005 - 6 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 표준용액은 0.12N HCl 용액에 기지량의 분석물질을 가하여 제조한다.
  - ㉡ 각 표준용액을 시료 전처리 4), 5)와 같이 염기성용액과 benzaldehyde로 처리한다.
  - ㉢ 표준용액을 분석하여 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 20 $\mu$ l 진한 염산을 가한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉕ 시료전처리 2)-5)의 방법으로 탈착시킨다.
- ㉖ 분석하여 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

- ④ 정도관리용 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정한지를 평가한다.

(나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

- ㉔ 주입량 : 3  $\mu$ l
- ㉕ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
- ㉖ 온도 : 도입부(Injector) : 150  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
 칼럼(Column) : 90  $^{\circ}$ C, 3min; 90-225  $^{\circ}$ C 승온(16 $^{\circ}$ C/min), 6min

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.



KOSHA CODE

A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2007. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV 2111. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-081

## 지방족 아민화합물

1. 물질명 : 디메틸아민(Dimethylamine), 디에틸아민(Diethylamine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디메틸아민(1)	디에틸아민(2)
화학식	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NH	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH
CAS No.	124-40-3	109-89-7
분자량	45.08	73.14
비중	1.6(가스, air=1)	0.708(액체, 20℃)
끓는점(℃)	6.88	55.5
증기압(mmHg, 20 ℃)	1307	195

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
디메틸아민	TWA	10	18	5(A4)	9.2(A4)	10	18
	STEL/Ceiling(C)	-	-	15(A4)	27.6(A4)	-	-
디에틸아민	TWA	10	30	5(A4)	15(A4)	25	75
	STEL/Ceiling(C)	25	75	15(A4)	45(A4)	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(실리카겔, 150 mg/75 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 : 3 ℓ</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 : 30 ℓ</p> <p>2. 운반 : 냉장</p> <p>3. 시료의 안정성 : 알려지지 않음</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 0.1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in 10% Methanol 용액 1ml를 넣고 3시간 초음파 처리</p> <p>(2) 효율 : (1)82%(0.4~1.7mg/시료)</p> <p style="padding-left: 20px;">(2)82%(1.8~7.1mg/시료)</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도</p> <p>(1) 범 위 : (1) 0.5 - 11 mg/시료</p> <p style="padding-left: 20px;">(2) 0.15 - 2.6 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : (1) 0.02</p> <p style="padding-left: 20px;">(2) 0.03</p> <p>5. 검출한계 : 0.02 mg/시료</p> <p>6. 적 용 : 질소-선택성 검출기를 사용하면 감도를 증가시킬 수 있음.</p> <p>7. 방해작용 : 동 방법은 건조한 공기를 대상으로 평가된 방법으로 높은 습도의 조건에서는 시료채취 용량이 감소될 수 있고, 메탄올 피크가 저농도 분석에 있어 방해될 수 있음.</p>

(1) 원리

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

작업환경중의 분석대상 물질을 실리카겔 관으로 채취하여 묽은 황산이 함유된 메탄올 수용액으로 탈착하여 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(실리카겔, 150 mg/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 l/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 1.8m x 4 mm, 4% Carbowax 20 M + 0.8% KOH on 60/80 mesh Carbosieve B
- (마) 바이알 : 2 ml Glass, PTFE-lined caps
- (바) 마이크로 시린지 : 1, 10, 20 µl
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫
- (자) 초음파 수조

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 0.1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>이 함유된 10% Methanol 용액
- (나) 염기용액 : 0.3 N KOH
- (다) 분석물질 : 시약 등급(이용 가능한 최고순도)
- (라) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 1 l/min에서 정확한 유량으로 3l-30 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 흡착튜브를 마개로 막고 냉장 보관하여 운반한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이알에 1 ml의 탈착액을 넣고 마개를 한다.
- ③ 바이알을 초음파 수조에 넣고 3시간 정도 탈착시킨다.
  - ※ 초음파 수조는 탈착하는 동안 약 50-60 °C 정도로 온도가 올라갈 수 있으므로 시료 손실을 예방하기 위해 바이알의 마개를 확실히 단아야 한다.
- ④ 실리카겔 입자가 가라앉도록 몇 분 동안 기다린 후 상층액 0.5 ml를 깨끗한 바이알에 담은 후 0.5 ml 염기용액(0.3N KOH)을 가한다. 용액의 pH는 10이상이어야 한다. 시료는 즉시 분석해야 한다.
  - ※ 시료의 손실을 예방하기 위해 염기용액을 첨가할 때 실리카겔 입자가 존재하지 않도록 해야 한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 표준용액은 추출액에 기지량의 분석물질을 가하여 제조한다.
  - ㉡ 각 표준용액을 시료 전처리 4)와 같이 염기용액으로 중화시킨다.
  - ㉢ 표준용액을 분석하여 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 시료전처리 2)-4)의 방법으로 탈착 및 중화시킨다.
  - ㉤ 분석하여 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ④ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정한지를 평가한다.

## (나) 분석

가스크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

## ① 기기 조건

㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l

㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min

㉢ 온도 : 도입부(Injector) : (1) 160 °C, (2) 155 °C

검출부(Detector) : 200 °C

칼 럼(Column) : (1) 70 °C, (2) 60 °C

※ GC 칼럼의 주입구에 교환 가능한 glass liner를 사용하고, 매일 물과 아세톤으로 세척한다. 염의 농축을 예방하기 위해 glass liner는 포화 KOH용액에 담귀 주고, KOH 처리된 유리섬유를 채워주어야 한다.

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성 물질의 분리에는 극성 칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료 주입방법은 flush injection technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 210. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 34. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 41. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
4. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-082
---------

## 개미산

1. 물질명 : 개미산(Formic acid)

2. 물리·화학적 특성

구 분	개미산
화학식	HCOOH
CAS No.	64-18-6
분자량	46.03
비중(20℃)	1.22(90%용액)
끓는점(℃)	107
증기압(mmHg, 20 ℃)	33

3. 노출기준

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	9	5	9.4	5	9
STEL/Ceiling(C)	-	-	10	19	-	-

4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과 및 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취재 : 필터+흡착튜브 (5<math>\mu</math>mPTFE 멤브레인 + washed silica gel, 400 mg/200 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.05 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 채취부피 : 최소 : 1 l 최대 : 24 l</p> <p>2. 운반 : 일반적 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 25 °C에서 1주간</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : IC(이온크로마토그래프)를 이용하여 분리한 후 전도도 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : 전도도 검출기가 부착된 IC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 탈이온수 10 ml로 5분간 탈착</p> <p>(2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 : 흡착튜브에 첨가된 formate</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 6 - 100 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.026(106 - 426 <math>\mu</math>g/시료) 0.097(10 - 80 <math>\mu</math>g/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 2 <math>\mu</math>g formate/시료</p> <p>6. 적 용 :</p> <p>7. 방해작용 :</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 PTFE 멤브레인과 실리카겔 관으로 채취하여 탈이온수로 탈착후 일정량을 이온크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

(가) 채취기 : 5  $\mu$ m PTFE 멤브레인 prefilter 및 흡착튜브(실리카겔, 400mg/200mg)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

※ 흡착튜브의 앞 층은 두꺼운 유리섬유필터가 실리카겔의 앞쪽에 장착되어 있음

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.05 - 0.2 ℓ/min의 펌프
- (다) Ion Chromatograph, detector : Conductivity
- (라) Column : Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator, anion micromembrane suppressor
- (마) 바이알 : 20 ml polyethylene with plastic caps
- (바) 주사기 : 10 ml, luer tip
- (사) 용량플라스크 : 100 ml
- (아) 피펫
- (자) 필터 : 13 mm, 0.45 $\mu$ m pore size 멤브레인, leur tip

**(3) 시약**

- (가) 탈착액 : 탈이온수
- (나) 분석물질 : 표준시료 제조 - Sodium formate(110℃에서 4시간 건조된), 탈착효율 검정(선택사항) - Formic acid(88% or 95%)
- (다) Eluent : 2.5 mM Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10 H<sub>2</sub>O
- (라) Suppressor regenerant : 25 m N 황산

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.05 - 0.2 ℓ/분에서 정확한 유량으로 1ℓ-24ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브와 필터 카세트를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.
- ※ Prefilter는 입자상 formate의 분석을 위해 분석되거나 또는 버려질 수 있음.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이알에 넣는다. 이때 유리섬유 필터는 앞 층과 함께 바이알에 담고 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이알에 10 ml의 탈착액을 넣고 느슨하게 마개를 한다.
  - ③ 10분 동안 끓는 물에서 가열한 후 식혀서 분석한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(2-100  $\mu\text{g}/\text{sample}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 적절한 양의 표준시료를 흡착튜브에 가한다.
  - ㉡ 측정 시료의 전처리와 동일한 방법으로 탈착하여 분석한다.
- ② 탈착효율을 구한다(선택사항). 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 4개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 적절한 양의 탈착효율 검정용 저장(stock)용액을 흡착튜브에 가한다.
  - ㉡ 측정 시료의 전처리와 동일한 방법으로 탈착하여 분석한다.
  - ㉢ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$
- ③ 정도관리를 위한 표준시료 및 분석자 조제시료 각 3개씩을 분석해서 검량선이 적정한지를 평가한다.

(나) 분석

이온크로마토그래프 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 50  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 용리액 : 2.5 mM  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$
  - ㉢ 유 속 : 2.0 ml/min
  - ㉣ 검출기 : Conductivity, 10  $\mu\text{S}$  full scale
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입은 수동과 자동으로 구분할 수 있으며, 수동 주입시에는 sample loop가 완전히 세척되도록 2-3 ml의 시료를 주입해야 한다. 시료주입 간에 1분 동안 0.1 M  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  용액으로 칼럼을 flushing 해주는 것은 늦게 나오는 이온들을 빨리 제거하여 줄 수 있다.

**(6) 농도계산**

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2011. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method ID-186SG. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-085
---------

## 결정형 실리카

1. 물질명 : 결정형 실리카(석영, 트리디마이트, 크리스토파라이트)

2. 물리·화학적 특성

물질명	CAS No.	분자량	끓는점(°C)	온도에 따른 결정상태
석영	14808-60-7	60.08	2,230	867 °C 이하
트리디마이트	15468-32-3	60.08	2,230	867 ~ 1470 °C
크리스토파라이트	14464-46-1	60.08	2,230	1,470 °C 이상

3. 노출기준

(1) 석영

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.1	-	0.05(호흡성, A2)	-	1. 호흡성분진: 10/(%SiO <sub>2</sub> +2)
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	2. 총 분진: 30/(%SiO <sub>2</sub> +2)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 트리디마이트

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.05	-	0.05(호흡성)	-	석영에 대한 호흡 성분진 공식으로부터 계산된 값의 1/2
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	

(3) 크리스토파라이트

구 분	노동부고시(2002)		ACGIH(2003)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.05	-	0.05(호흡성)	-	석영에 대한 호흡 성분진 공식으로부터 계산된 값의 1/2
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	

4. 분석방법 : 적외선분광광도법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취            (1) 방법 : 여과채취            (2) 기구 및 채취재 : 사이클론 + 필터            (10 mm nylon or Higgins-Dewell(HD) + 0.8 <math>\mu</math>m PVC or MCE 멤브레인)            (3) 시료채취 유량 :            nylon cyclon : 1.7 <math>\ell</math>/min            HD cyclon : 2.2 <math>\ell</math>/min            (4) 채취부피 :            최소 : 400 <math>\ell</math>            최대 : 800 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. Bulk 시료 : 호흡성분진 지역시료, 침강 분진</p>	<p>1. 원리 및 기기            (1) 원리 : IR(적외선분광광도계)를 이용하여 특정파장에서의 흡광도 측정            (2) 기기 : 적외선분광광도계</p> <p>2. 회화            (1) 방법 : muffle furnace            (2) 효율 :</p> <p>3. 검량선 : 10~200<math>\mu</math>g/시료</p> <p>4. 정 도 :            범 위 : 10 - 160 <math>\mu</math>g/시료            정 밀 도 : 0.15이하(30 <math>\mu</math>g/시료, 석탄분진)</p> <p>5. 검출한계 : 5 <math>\mu</math>g quartz/시료</p> <p>6. 적 용 : 트리디마이트와 크리스토파라이트는 800 <math>\text{cm}^{-2}</math>에서 분석에 사용 가능한 주요 흡수 피크를 가지고 있음.</p> <p>7. 방해작용 : 비결정형 실리카, calcite, kaolinite는 결정형 실리카의 흡수과장을 간섭할 수 있음</p> <p>8. 기 타 : 결정형 실리카의 분석방법은 IR을 이용한 방법 이외에 XRD에 의한 방법(NIOSH 7500, OSHA ID-142) 등도 있음</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 PVC 또는 MCE 필터로 여과채취한 후 시료를 회화하여 KBr로 균일하게 혼합한 후 적외선분광광도계에서 흡광도를 측정하여 정량한다.

(2) 기구

(가) 채취기 : 사이클론 + 필터[10 mm nylon or Higgins-Dewell(HD) + 0.8  $\mu$ m PVC or MCE 멤브레인]

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.7 - 2.2  $\ell$ /min의 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Infrared Spectrophotometer
- (라) Muffle Furnace
- (마) Pellet 제조용 프레스
- (바) Pellet die : 직경 13 mm
- (사) 분석용 천칭
- (아) 피펫
- (자) 멤브레인 여과장치 : 직경 37 mm

### (3) 시약

- (가) 혼합제 : KBr(IR 등급)
- (나) 분석물질 : 석영(NIST SRM # 1878 and 2679)
- (다) 9% HCl

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② Nylon 사이클론은  $1.7 \pm 5\%$   $\ell/\text{min}$ , HD 사이클론은  $2.2 \pm 5\%$   $\ell/\text{min}$ 의 유량으로 400 - 800  $\ell$  정도의 시료를 채취한다. 이때 필터에 총 2 mg 이상의 분진이 채취되지 않도록 한다.
- ※ 사이클론을 사용할 때는 시료 채취장치가 전도되지 않도록 주의한다. 필터 카세트와 수직으로 장착되어 있던 사이클론이 수평 이상으로 방향이 바뀌면 사이클론 내부에 있는 큰 분진(호흡성 분진 크기 이상의 분진)이 필터에 침착되게 된다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 시료와 공시료를 도가니에 넣은 후 느슨하게 덮개를 하고 600°C(흑연 존재시 800 °C)에서 2시간 동안 회화한다. 만약 총 20% 이상의 calite가 포함된 시료에 대해서는 다음과 같이 9% HCl로 필터를 씻어준다.
- ㉠ 0.5 $\mu\text{m}$ , 47mm PVC 필터를 여과 장치에 올려놓는다. 카세트로부터 시료 필터를 여과장치의 PVC 필터위에 놓고 여과장치 상부 깔대기를 잘 고정시킨다. 9% HCl 10 ml와 이소프로필알콜 5 ml를 가하고 5분 정도 기다린다. 진공을 걸어 산과 알콜을 천천히 하부로 용리한다. 증류수 10 ml로 3회 연속하여 씻어준 다음 진공을 제거한다.
- ㉡ 300 mg 정도의 KBr(0.1 mg까지 무게를 달며, 110°C에서 건조시켜 사용)을 도가니



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

에 가한 후 막자로 완전히 혼합한다. 필요시 막자사발로 옮겨 완전히 혼합한다.

- ㉔ 13 mm pellet die로 옮겨 pellet을 제조한다. 제조된 pellet을 0.1 mg까지 무게를 잰다. 제조된 pellet에 대한 첨가한 KBr의 무게비(pellet/KBr)를 구한다. 일반적인 무게비는 0.98 정도이다. Pellet 제조시 에탄올로 기구를 세척해 가면서 제조한다.
- ※ KBr을 사용할 때 낮은 상대습도 환경은 시료를 다룸에 있어 용이할 것이다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(10-200  $\mu\text{g}/\text{sample}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 표준시료로 검량선을 작성한다.
  - ㉔ 표준물질을 정확히 무게를 달아 KBr로 혼합한다.
  - ㉔ 시료의 전처리 2)-3)의 방법에 따라 pellet을 제조한다
  - ㉔ 800  $\text{cm}^{-1}$ 의 파장에서 흡광도를 측정한다.
- ② 전처리 과정에서 시료의 오염과 손실에 대한 확인을 위해 공시료와 기지량의 첨가 시료를 시료와 동일한 방법으로 처리하여 회수율을 평가한다.

(나) 분석

적외선분광광도계 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉔ 분석모드 : 흡광도
  - ㉔ Scan range : 1000 - 600  $\text{cm}^{-1}$
  - ㉔ Scan 횟수 : 4회 이상
  - ㉔ 분석파장 : 800  $\text{cm}^{-1}$
- ② 시료에 대한 흡광도를 측정한 후 대략 820-670  $\text{cm}^{-1}$ 의 범위에서 baseline draw를 적용하여 800  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 최대 흡광도를 측정한다. 각 시료마다 4회 반복 측정하여 평균값을 적용한다.

## (6) 농도계산

(가) 실리카 농도

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$C = \frac{(W_q - B_q) \times 10^3}{V}$$

C : 실리카 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W<sub>q</sub> : 시료중의 실리카 무게 (mg)  
B<sub>q</sub> : 공시료 중의 실리카 무게 (mg)  
V : 채취 공기량(ℓ)

(나) 실리카 함량

$$Q = \frac{W_q \times 100}{W_s}$$

Q : 실리카 함량(%)  
W<sub>q</sub> : 시료중의 실리카 무게 (mg)  
W<sub>s</sub> : 총 분진 무게 (mg)

#### 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7602. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7500. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
3. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method ID-142. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
4. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-086
---------

## 6가 크롬

1. 물질명 : 6가 크롬(Chromium (VI), chromium trioxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	6가 크롬
화학식	CrO <sub>3</sub>
CAS No.	1333-82-0
분자량	99.99
비중(20℃)	2.70
끓는점(℃)	250
증기압(mmHg, 20 ℃)	Very low

3. 노출기준

구 분		노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	불용성	-	0.05(A1)	-	0.01 <sup>a</sup> (A1)	-	-
	수용성	-	0.05	-	0.05 <sup>b</sup> (A1)	-	-
STEL/ Ceiling(C)	불용성	-	-	-	-	-	0.1 <sup>c</sup> (C)
	수용성	-	-	-	-	-	0.1 <sup>c</sup> (C)

<sup>a</sup> Chromium (VI) inorganic compounds, as Cr, certain water insoluble

<sup>b</sup> Chromium (VI) inorganic compounds, as Cr, water soluble

<sup>c</sup> as CrO<sub>3</sub>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 막 여과지 (5-<math>\mu</math>m PVC membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 4 <math>\ell</math> /min</p> <p>(4) 총량:</p> <p>최소 - 100 <math>\ell</math> (at 0.1 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>최대 - 1000 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 시료채취 즉시 시료여과지를 바이얼에 옮긴 후 추출용액인 2% NaOH/3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 5 ml 첨가하여 운반한다.</p> <p>3. 시료의 안정성 : 2주 (at 25<math>^{\circ}</math>C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 이온크로마토그래피를 이용하여 분리한 후 전도도 검출기(Conductivity detection) 또는 분광 검출기(Visible absorbance detection)로 검출</p> <p>(2) 기기 : 전도도 검출기 또는 분광 검출기가 부착된 이온크로마토그래피</p> <p>2. 추출 : 5 ml 2% NaOH/3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></p> <p>3. 검량선</p> <p>: 0 - 250 <math>\mu</math>g/시료 (IC/Conductivity detection)</p> <p>: 0 - 6 <math>\mu</math>g/시료 (IC/Visible absorbance detection)</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>o. IC/Conductivity detection</p> <p>- 범 위 : 10 - 250 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>- 정 밀 도 : 0.043 (at 22 - 62 <math>\mu</math>g/시료)</p> <p>o. IC/Visible absorbance detection</p> <p>- 범 위 : 0.25 - 6 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>- 정 밀 도 : 0.013 (at 10 - 60 <math>\mu</math>g/시료)</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>- 3.5 <math>\mu</math>g/시료 (IC/Conductivity detection)</p> <p>- 0.25 <math>\mu</math>g/시료 (IC/Visible absorbance detection)</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 : 환원물질들 ( Fe, Fe<sup>++</sup> 등)이 존재할 경우 방해될 수 있다.</p>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 막 여과지로 채취하여 알카리 추출용매로 추출한 후 일정량을 이온크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : PVC 여과지 (5.0- $\mu$ m pore size, 37-mm diameter), 37-mm 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 l/min의 펌프
- (다) Ion chromatograph, conductivity detector or visible absorbance detector
- (라) 바이엘 : 시료 운반 및 저장을 위한 20 ml vials (PTFE-lined screw caps)
- (마) 플라스틱 핀셋
- (바) 실린지 : 10 ml, 0.45- $\mu$ m pore size의 멤브레인 여과필터 장착
- (사) 비커 : 50 ml (내열성 유리 제품)
- (아) 시계접시
- (자) 용량플라스크 : 25, 100, ml, 1 L
- (차) 가열판(hot plate) : 120 - 400 °C
- (카) 마이크로피펫 : 20  $\mu$ l
- (타) 원심형 튜브 : 40 ml, 플라스틱 재질, screw caps

**(3) 시약**

- (가) 탄산나트륨(Sodium carbonate) : 무수성
- (나) 수산화나트륨(Sodium hydroxide) : 시약등급
- (다) 추출용액 : 2% NaOH/3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1L 용량플라스크에 20g NaOH와 30g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>을 넣고 증류수로 녹인 후 눈금까지 채운다.
- (라) 용리액(Eluent) :
  - IC/Conductivity detector : 70 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/0.5 mM NaOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 2.97g을 4 L 용량의 플라스크에 넣어 증류수로 녹인 후 여기에 0.1 M NaOH (8g/L) 20 ml를 첨가하여 최종적으로 눈금까지 증류수로 채운다
  - IC/Visible detector : 250 mM (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/ 100 mM NH<sub>4</sub>OH, 일정량의 증류수가 든 1 L 용량플라스크에 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 33g을 넣어 녹인 후, 여기에 NH<sub>4</sub>OH 6.5 ml를 첨가하여 최종적으로 눈금까지 증류수로 채운다.
- (라) 발색시약(Postcolumn reagent) : 2 mM diphenylcarbazide + 10% v/v CH<sub>3</sub>OH + 1

N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Visible detector일 경우만 해당), 1,5-diphenylcarbazide 0.5g을 100 ml 용량플라스크에 넣어 메탄올로 녹인 후 눈금까지 채운다. 그리고 이 용액을 일정량의 증류수와 황산 28 ml가 들어있는 1 L 용량플라스크에 첨가한다. 최종적으로 눈금까지 증류수로 채운다.

(마) Cr(VI) 표준용액 : 1000 µg/ml

(바) 검량선 작성용 표준원액 : 100 µg/ml

(사) 질소가스

(아) 증류수

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).

② 1 - 4 L/min에서 정확한 유량으로 100 - 1,000 L정도 시료를 채취한다. 필터에 적재되는 입자의 양이 2 mg을 초과하지 않도록 주의한다.

③ 시료채취가 끝나면 즉시 카세트로부터 시료 여과지를 꺼내어 시료운반용 바이얼에 넣고 여과지가 충분히 잠기도록 추출용액 5 ml를 첨가한다. 바이얼을 견고히 밀봉하여 운반한다.

※ 시료채취 즉시 추출용액에 여과지를 담그는 이유는 공기와의 접촉으로 인한 Cr(VI)의 환원손실 양을 최소한으로 하기 위해서이다.

※ 바이얼에 담긴 시료의 보관은 상온보다는 냉장 보관하는 것이 권장되며 되도록 빠른 시간내 분석하도록 한다.

(나) 시료의 전처리

① 시료 여과지와 추출용액을 50 ml 비커에 옮겨 담는다. 이때 시료가 담겨져 있던 바이얼 추출용액으로 1-2 ml 정도 헹구어준 후 이 헹굼액을 비커에 옮겨 담는다.

※ 주의 : 만약 시료에 Cr(III)이 유의할 정도로 존재한다면 비커에 담긴 시료용액에 질소가스를 5분 정도 불어(버블링) 넣어준다.

② 비커에 시계접시를 덮고 135 °C 정도의 가열판 위에서 40분 정도 가끔 흔들면서 가열시킨다.

※ 주의 : 시료용액을 너무 오랫동안 가열하여 완전히 증발시키거나 건조시키면 안된다. 여과지 색깔이 갈색으로 변할 정도로 가열하면 Cr(VI)이 PVC 여과지와 반응하여 손실될 수 있으므로 주의해야 한다.

- ③ 시료용액을 식힌 후 남은 용액을 25 ml 용량플라스크 또는 원심형 튜브에 넣고 증류수로 눈금까지 채운다. 이때 증류수로 2-3번 비커를 헹구어 시료손실이 없도록 한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0 - 250  $\mu\text{g}$ /시료)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 25 ml 각 용량플라스크에 추출용액 5 ml를 넣는다. 여기에 검량선 작성용 표준원액을 일정량씩 첨가한 후 증류수로 눈금까지 채워 표준용액을 준비한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

### (나) 분석

이온크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
- ㉠ 주입량 : 50  $\mu\text{l}$
- ㉡ 칼럼 :
- IC/Conductivity detector : Dionex HPIC-AG5 guard, HPIC-AS5 separator, and anion suppressor
  - IC/Visible absorbance detector : Dionex IonPac NG1 guard, IonPac AS7 separator
- ㉢ 전도도 설정 : 1  $\mu\text{s}$  full scale (Conductivity detector일 경우)
- ㉣ 유량 :
- IC/Conductivity detector : 2 ml/min
  - IC/Visible absorbance detector : 1.5 ml/min, postcolumn 유량 : 0.5 ml/min
- ㉤ 파장 : 540 nm (Visible absorbance detector일 경우)
- ② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

- C : 분석 물질의 농도( $\text{mg/m}^3$ )  
W : 시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )  
B : 평균 공시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )  
V : 채취 공기량( $\ell$ )

#### 참고문헌

1. 신용철, 오세민, 백남원 : Ion Chromatography/Visible Absorbance Detection을 이용한 Cr(VI) 분석의 정확도 및 정밀도 평가, 한국산업위생학회지 7(2), 223-232, 1997
2. 신용철, 백남원, 이광용, 이병규, 이지태 : 현장도금 공정에서 PVC 여과지에 채취된 6가 크롬의 환원, 한국환경위생학회지 28(1), 41-50, 2002
3. NIOSH : NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed, A-D, Method 7604
4. NIOSH : NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed, A-D, Method 7600
5. EPA: Method 218.6. *Determination of Dissolved Hexavalent Chromium in Drinking Water, Groundwater and Industrial Wastewater Effluents by Ion Chromatography*, 1991



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-087
---------

## 알카리성 분진류

1. 물질명 : 수산화칼륨(Potassium hydroxide), 수산화나트륨(Sodium hydroxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	수산화칼륨	수산화나트륨(가성소다)
화학식	KOH	NaOH
CAS No.	1310-58-3	1310-73-2
분자량	56.11	40.00
비중(25℃)	2.04	2.13
끓는점(℃)	1324	1390
증기압(mmHg)	1 (at 714 ℃)	0 (대략)

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
수산화칼륨	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	2 (C)	-	2 (C)	-	-
수산화나트륨 (가성소다)	TWA	-	-	-	-	-	2
	STEL/Ceiling(C)	-	2 (C)	-	2 (C)	-	-

4. 분석방법 : 산-염기 적정법(Acid-Base Titration)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 여과지 (1- $\mu$ m PTFE membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 4 $\ell$ /min (4) 총량 : 최소 - 70 $\ell$ (at 2 mg/m <sup>3</sup> ) 최대 - 1000 $\ell$  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 최소 7일 (at 25 $^{\circ}$ C)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 : 산-염기 반응에 의한 적정방법으로 분석  2. 분석대상 : OH <sup>-</sup>  3. 추 출 (1) 방법 : 0.01 N HCl 5 ml (교반과 함께 질소가스를 15 정도 불어넣어 줌) (2) 효율(회수율) : 105% (as NaOH)  4. 적 정 : 0.01 N NaOH, pH 전극봉으로 당량점(종말점) 결정  5. 정 도 : (1) 범 위 : 0.14 - 1.9 mg/시료 (as NaOH) (2) 정 밀 도 : 0.033 (0.38 - 1.5 mg NaOH)  6. 검출한계 : 0.03 mg/시료 (as NaOH)  7. 적용 : 0.4 - 5.4 mg/m <sup>3</sup> (360 L 공기채취시)  8. 방해작용 :

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지로 채취하여 산(acid)으로 추출한 후 산-염기 반응을 이용한 적정법으로 분석한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : PTFE membrane 여과지(37-mm diameter, 1- $\mu$ m pore size), 카세트 홀더

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 ℓ/min의 펌프
- (다) pH 측정기 (pH 전극봉과 기록기를 장착)
- (라) 적정용 용기(titration vessel) : 150 - 200 ml 비커, 플라스크 또는 병(pH 전극봉과 질소가스의 주입부(inlet) 및 배출부(outlet) 부분에 구멍이 뚫려있는 덮개 장착)
- (마) 자석 교반기(magnetic stirrer), 교반 막대기
- (바) 유리봉(glass rod) : 5-mm diameter, 10 cm long
- (사) 피펫 : 5, 10 ml
- (사) 용량플라스크 : 100 ml, 1 ℓ
- (아) 뷰렛 : 50 ml
- (자) 핀셋

### (3) 시약

- (가) 탄산나트륨(Sodium carbonate, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) : 일차 표준시약 등급
- (나) 염산 표준원액(Hydrochloric acid stock solution) 0.1 N : 탄산나트륨 표준액으로 표준화(표정)한다.
- (다) 염산 표준액, 0.01 N : 위 0.1 N 염산 표준원액 10 ml를 100 ml 용량플라스크에 넣고 증류수로 눈금까지 채운다.
- (라) 증류수(CO<sub>2</sub>-free) : 30분 동안 증류수에 질소가스로 버블링(bubble)하여 CO<sub>2</sub> 가스를 제거한다.
- (마) 질소가스(압축용)
- (바) 수산화나트륨(Sodium hydroxide), 50% w/v : NaOH 50g을 100 ml 용량플라스크에 넣고 CO<sub>2</sub> 가스가 제거된 증류수로 녹인 후 눈금까지 채운다.
- (사) 수산화나트륨 표준원액(Sodium hydroxide stock solution), 0.1 N : 위 50% NaOH 용액 8 ml를 1 L 용량플라스크에 넣고 CO<sub>2</sub> 가스가 제거된 증류수로 눈금까지 채운다.
- (아) 수산화나트륨 표준용액(Sodium hydroxide working solution), 0.01 N : 위 0.1 N NaOH 용액 10 ml를 100 ml 용량플라스크에 넣고 CO<sub>2</sub> 가스가 제거된 증류수로 눈금까지 채운다.
- (자) 표준 완충용액(standard buffer solution), pH 4, pH 7

※ 주의 : NaOH 용액은 조직을 부식시킬 수 있는 물질이므로 주의해서 다룬다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 1 - 4 ℓ/분에서 정확한 유량으로 70 - 1000 ℓ 정도 시료를 채취한다. 필터에 적재된 총 분진의 무게가 대략 2 mg을 초과하지 않도록 한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 시료가 채취된 필터를 핀셋으로 이용하여 적정용(titration) 용기(vessel)에 옮겨 담는다. 이 때 필터 표면이 용기 바닥에 완전히 맞대도록 놓아둔다.
- ② 용기내 필터가 용액에 완전히 잠기도록 하기 위해 필터 중앙을 유리봉(glass rod) 끝으로 눌러서 놓아둔다.
- ③ 0.01 N HCl 용액 5 ml를 첨가한 후 적정용 용기 덮개를 덮고 자석 교반기에 올려 교반시킨다. 이때 질소가스를 용기내로 약 0.1 L/min의 유량으로 불어넣어 준다.
- ④ 15분 정도 교반 시키면서 놓아둔다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① pH 4와 pH 7의 완충용액으로 pH 측정기를 보정한다.
- ② 탄산나트륨(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)으로 세 번 정도 0.1 N HCl을 표준화(표정)한다.
  - ㉠ 3 - 5g의 탄산나트륨을 4시간 동안 250 °C에서 건조시킨 후 데시케이터 안에 넣어 식히도록 한다.
  - ㉡ 정확히 무게 잰 탄산나트륨 2.5g을 1 L 용량플라스크에 넣고 증류수로 녹인 후 눈금까지 채운다. 이때 탄산나트륨의 농도는 0.05 N이 된다.
  - ㉢ 0.05 N 탄산나트륨 용액 5 ml를 적정용 용기에 넣고 pH 5가 되도록 전위차 적정을 한다.
  - ㉣ pH 미터의 전극봉을 제거한 후 용액 속의 CO<sub>2</sub>를 제거하기 위해 질소가스로 3 - 5분 정도 불어넣어 준다.
  - ㉤ 변곡점이 나타날 때까지 적정을 진행한다.
  - ㉦ 사용된 HCl 원액용액의 노르말 농도를 계산한다.

$$N_{HCl} = \frac{(g, Na_2CO_3 \text{ weighed})(mL, Na_2CO_3 \text{ solution used in titration})}{(52.99)(mL, HCl \text{ used})}$$

- ③ 위 다), 마) 과정에 의해 표준화된 HCl 용액으로 NaOH 표준용액(대략 0.01 N)을 표준화한다. 표준화(적정) 하는데 사용된 NaOH 용액의 노르말 농도를 계산한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{(N_{\text{HCl}})(\text{mL, HCl used})}{(\text{mL, NaOH used})}$$

- ④ 예상되는 현장시료 농도수준에서 분석 회수율을 검증하기 위해 최소 3개의 공시료를 준비한다.

(나) 분석

- ① 표준화된 NaOH 용액으로 공시료 용액(첨가된 HCl)을 적정한 후 시료 용액(시료(NaOH)와 반응하고 남은 HCl)을 적정한다.
- ② pH 미터를 관찰하여 당량점(종말점)에서의 농도를 계산한다(적정에 사용한 표준화된 NaOH 용액의 양(mL)을 이용).

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(V_{\text{NaOH-b}} - V_{\text{NaOH-s}}) \cdot N \cdot 40 \times 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

V<sub>NaOH-b</sub> : 평균 공시료 적정에 사용된 NaOH 양 (volume)

V<sub>NaOH-s</sub> : 시료의 적정에 사용된 NaOH 양 (volume)

N : 적정에 사용된 NaOH 노르말 농도

V : 채취 공기량(ℓ)

(NaOH 분자량 = 40.0)

참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7401. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-088
---------

## p-니트로아닐린

1. 물질명 : p-니트로아닐린(p-Nitroaniline)

2. 물리·화학적 특성

구 분	p-니트로아닐린
화학식	$H_2NC_6H_4NO_2$
CAS No.	100-01-6
분자량	138.14
비중(20℃)	1.42
끓는점(℃)	332
증기압(mmHg, 20 ℃)	$2.0 \times 10^{-5}$

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	3	-	3(A4)	1	6
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 11
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 막 여과지 (0.8- $\mu\text{m}$ , mixed cellulose ester membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 3 $\ell$ /min (4) 총량 : 최소 - 16 $\ell$ (at 6 mg/m <sup>3</sup> ) 최대 - 350 $\ell$  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 7일 (at 25 $^{\circ}\text{C}$ )  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출 (2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC  2. 추출 (1) 방법 : isopropanol 5 ml 첨가 (2) 효율: 94.6 - 96.6%  3. 검량선 : 0.2 - 1.2 mg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.1 - 2 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.020  5. 검출한계 : 20 $\mu\text{g}$ /시료  6. 적용 : 1.1 - 22 mg/m <sup>3</sup> (90 L 공기채취시) 이 방법은 p-니트로아닐린 에어로졸 측정 및 분석에 적합한 것임.  7. 방해작용 : 정의된 것이 현재 없음

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 막여과지로 채취하여 isopropanol로 추출한 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지 (0.8- $\mu\text{m}$ , cellulose ester membrane), 직경 37-mm 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 3  $\ell$ /min의 펌프
- (다) High Performance Liquid Chromatograph, detector : UV (375 nm)
- (라) Column : silica column(Partisil 10, 25-cm $\times$ 4.6-mm $\times$ 6.4-mm stainless steel)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (마) 마이크로 실린지
- (바) 용량플라스크
- (사) 낮고 폭이 넓은 형태의 병(바이얼)
- (아) 피펫 : 5 ml
- (자) 핀셋

### (3) 시약

- (가) p-니트로아닐린(p-Nitroaniline) : 99% 순도
- (나) 이소프로판올(Isopropanol)
- (다) 헥산(Hexane)
- (라) 표준원액(calibration stock solution) : 10 mg/ml, p-니트로아닐린 0.1g을 10 ml 용량 플라스크에 넣고 isopropanol 용액으로 눈금까지 채운다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취기와 연결된 유연성 튜브를 펌프와 연결한 후 시료채취 바로 전에 채취기(카세트)의 마개를 제거한다.
  - ③ 1 - 3ℓ/분에서 정확한 유량으로 16 - 350ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 채취기(카세트)의 마개를 막고 적절한 상자에 담아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 채취기(카세트) 홀더를 분리한 후 채취기내에 들어있는 필터를 핀셋을 이용하여 폭이 넓은 병(바이얼)에 옮겨 담는다.
  - ② 각 병에 5.0 ml의 이소프로판올을 첨가하여 즉시 마개를 한 후 필터가 충분히 젖도록 병을 흔들어준다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
  - ③ 회수율(R)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 3개 농도수준에서 각각 6개씩을 준비한다.
  - ㉠ 표준원액을 미량주사기를 이용하여 필터에 떨어뜨린 후 하룻밤 정도 방치하여 필터를 건조시킨다.
  - ㉡ 회수율을 보기 위한 첨가 시료를 전처리 하여 검량선 표준용액과 같이 분석한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

㉔ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{회수율(R)} = \text{검출량} / \text{첨가량}$$

(나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

㉔ 주입량 : 20  $\mu\text{l}$

㉔ 이동상 : 40% isopropanol/60% hexane

㉔ 유량 : 1 mL/min

㉔ 검출기 : UV, 375 nm

② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times R}$$

C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

W : 시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

B : 공시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

V : 채취 공기량( $\ell$ )

R : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5033. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-089
---------

## 니트로메탄

1. 물질명 : 니트로메탄(Nitromethane)

2. 물리·화학적 특성

구 분	니트로메탄
화학식	CH <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>
CAS No.	75-52-5
분자량	61.04
비중(20℃)	1.138
끓는점(℃)	101.2
증기압(mmHg, 20 ℃)	28

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	100	250	20(A3)	50(A3)	100	250
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 10
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Chromosorb 106, 600 mg/300 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.05 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 1.2 ℓ (at 100 ppm) 최대 - 3ℓ</p> <p>2. 운반 : 앞 층과 뒤 층을 구분하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 NPD 로 검출</p> <p>(2) 기기 : NPD 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : ethyl acetate 5 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율: 97.1% (at 0.34 - 1.34 mg/시료)</p> <p>3. 검량선 : ca. 0.01 - 0.4 mg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.3 - 2 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.042 (at 0.34-1.34 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 결정되어 있지 않음</p> <p>6. 적용 : 60 - 360 ppm (2 L 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 현재 정의된 것이 없음.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 ethyl acetate로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (10-cm long, 10-mm OD, 8-mm ID, Chromosorb 106, 600 mg/300 mg, SKC Cat. No. ST 226-111)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.05 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas chromatograph, detector : NPD(nitrogen-phosphorus detector)
- (라) Column : Stainless steel, 2.0m x 4-mm ID, pack with 10% SP-1000 on 80/100 mesh Chromosorb WHP
- (마) 바이얼 : 5 ml Glass, PTFE-line septum, screw caps
- (바) 마이크로 실린지 : 1 - 25  $\mu\text{l}$  (0.1  $\mu\text{l}$  눈금까지 읽을 수 있는)
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫 : 1, 5 ml

### (3) 시약

- (가) 니트로메탄(nitromethane) : 크로마토그래피 분석등급
- (나) 에틸아세테이트(ethyl acetate) : 크로마토그래피 분석등급
- (다) 헬륨(He) 또는 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기
- (바) 표준원액(calibration stock solution) : 0.1138 mg/ $\mu\text{l}$ , 니트로메탄 1.138g(1.0 ml)을 10 ml 용량플라스크에 넣고 에틸아세테이트로 눈금까지 채운다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.05 ℓ/분에서 정확한 유량으로 1.2 - 3 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브 뒤 층의 glass wool을 제거하여 300 mg의 sorbent를 깨끗한 바이얼에 옮겨 담아 마개(PTFE-lined cap)로 밀봉하고, 앞 층만 있는 튜브는 양쪽을 마개로 막아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층을 뒤 층이 담겨져 있는 바이얼과 따로 다른 바이얼에 옮겨 담는

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다. 이때 유리섬유 마개는 버린다.

- ② 각 바이올에 5.0 ml의 탈착액(에틸아세테이트)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 0.4 mg/ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 일정량의 표준원액을 10 ml 용량플라스크에 넣고 에틸아세테이트로 눈금까지 희석한다. 이 용액을 시료농도 수준에 포함되게끔 여러 번 희석하여 표준용액을 준비한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉡ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉢ 검량선 작성용 표준원액(2 - 20 $\mu$ l)을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉣ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉤ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉦ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 20 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 100  $^{\circ}$ C
- ② 피크의 면적을 측정한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료 파파가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2527. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-090
---------

## 디에탄올아민

1. 물질명 : 디에탄올아민(Diethanolamine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디에탄올아민
화학식	(HOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> NH
CAS No.	111-42-2
분자량	105.14
비중(30℃)	1.088
끓는점(℃)	269
증기압(mmHg, 25 ℃)	<0.01

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	3	15	0.46	2	No PEL	No PEL
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 09
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 임핀저 (2 mM hexanesulfonic acid 15 ml)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 - 1 l/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 5 l 최대 - 300 l</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 3주 (at 20°C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 이온크로마토그래피를 이용하여 분석</p> <p>(2)기기 : 이온크로마토그래피</p> <p>2. 회수율 : 94.8%</p> <p>3. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.07 - 4.5 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.064</p> <p>4. 검출한계 : 13 µg/시료</p> <p>5. 적용 : 0.09 - 7 ppm (100L 공기채취) 이 방법은 시료채취에 임핀저를 사용하기 때문에 개인시료보다는 지역시료에 더 적합함.</p> <p>6. 방해작용 : 낮은 분자량을 가진 아민류들이 방해를 줄 수 있다. 나트륨이나 암모늄이온 들이 방해를 일으킬 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 담긴 임핀저로 채취하여 이온크로마토그래프를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 미젯임핀저 (2 mM hexanesulfonic acid(HSA) 15 ml 포함)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 1 l/min의 펌프
- (다) Ion chromatograph, 전도도 검출기(conductivity detector), 양이온 서프레서(cation suppressor)
- (라) 바이엘 : 시료 운반 및 저장을 위한 20 ml vials
- (마) 실린지 : 10 ml, 루어팁(luer tip)이 있는 폴리에틸렌 주사기
- (바) 실린지 필터(여과필터) : 13 or 24-mm, 0.45 $\mu$ m pore size의 멤브레인 필터
- (사) 마이크로피펫(마이크로실린지) : 1 - 500  $\mu$ l
- (아) 용량플라스크 : 50, 100 ml
- (자) 피펫 : 15 ml
- (차) 폴리에틸렌 병 : 100 ml

**(3) 시약**

- (가) Hexanesulfonic acid (HSA), 2mM
- (나) Acetonitrile : 시약등급
- (다) Diethanolamine : 고순도
- (라) 증류수
- (마) 표준원액 : 1 $\mu$ g/ $\mu$ l, Diethanolamine 0.10 g을 100 ml 용량플라스크에 넣고 2mM HSA 용액으로 녹여 눈금까지 채운다.

※ Ethanolamines들은 눈과 피부에 자극을 유발하는 물질이므로 일반적인 실험실 안전 절차에 따라 주의해서 다루어야 한다.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 2mM HSA 용액 15 mL를 임핀저에 넣고 최초 용액 부피수준을 표시해둔다.
  - ③ 유연성튜브를 이용하여 펌프와 임핀저를 연결하고, 임핀저와 펌프간 용액의 역류를 방지하기 위해 이들 사이에 glass wool trap를 삽입한다.
  - ④ 0.5 - 1 L/min에서 정확한 유량으로 5 - 300 L정도 시료를 채취한다.
  - ⑤ 시료채취 후 시료용액의 부피가 정확히 15 mL가 되도록 증류수로 채운다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ⑥ 시료채취가 끝나면 각 임핀저 용액을 바이얼에 담은 후 옆지르는 일이 발생하지 않도록 잘 밀봉하여 운반한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 검량선 작성용 표준원액을 50 ml 용량플라스크에 일정량 넣고 용리액(eluent, 2mM HSA)으로 눈금까지 채워 희석한다. 이 용액을 시료범위로 적절히 희석하여 표준용액을 제조한다. 제조한 표준용액은 폴리에틸렌 병에 잘 밀봉하여 보관한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 분석대상 물질에 대한 검량선 작성을 준비한다.

### (나) 분석

이온크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 50  $\mu$ l
  - ㉡ 칼럼: Ion-pairing guard and cation separator, Dionex MPIC-NG1, MPIC-NS1, and cation suppressor
  - ㉢ 전도도 설정 : 3  $\mu$ s full scale
- ② 피크의 면적을 측정한다.

※ 주의 : IC 기기의 밸브 및 칼럼 등에 시료 막힘을 방지하기 위해 모든 시료 및 이동상의 용매들은 사용하기(분석하기) 전에 반드시 전처리 필터로 걸러주어야 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 임핀저 용액에 들어있는 시료의 양 (μg)

B : 평균 공시료의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3509. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-091
---------

## 디에틸렌트리아민

1. 물질명 : 디에틸렌 트리아민(Diethylene triamine)
2. 물리·화학적 특성

구 분	디에틸렌 트리아민
화학식	$\text{HN}_2(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$
CAS No.	111-40-0
분자량	103.2
비중(20℃)	0.96
끓는점(℃)	206.7
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.37

### 3. 허용농도

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	4	1	4.2	No PEL	No PEL
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

### 4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체포집</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (1-naphthylisothiocyanate로 코팅된 XAD-2 80 mg/40 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.1 l/min</p> <p>4) 총량 :</p> <p>최소 - 1 l (at 10 ppm)</p> <p>최대 - 20 l</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : ≥30일 (20℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : Dimethylformamide(DMF) 2 ml 를 넣고 30분간 초음파 처리</p> <p>(2) 효율: 99%</p> <p>3. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 1 - 80 µg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.007</p> <p>4. 검출한계 : 0.16 µg/시료</p> <p>5. 적용 : 0.05 - 150 mg/m<sup>3</sup>(10 L 공기채취)</p> <p>6. 방해작용 : 다른 아민류들이 흡착튜브내 코팅된 시약과 반응할 수 있기 때문에 실제 흡착튜브의 수용능력이 줄어들 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 포집하여 디메틸포름아미드(DMF)로 탈착시킨 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피를 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가). 채집기 : 흡착튜브 (10% 1-naphthylisothiocyanate로 코팅된 XAD-2, 80 mg/40 mg, 7 cm long, 6-mm OD, 4-mm ID) (SKC Cat. No. 226-30-18)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) High Performance Liquid Chromatograph, detector : UV (254 nm)
- (라) Column : 10- $\mu$ m radial cyano, 10 cm $\times$ 8-mm ID in Waters RCM-100 radial compression mode
- (마) 바이엘 : 4 ml
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 25 ml, 50ml
- (아) 피펫 : 2ml
- (자) 초음파 세척조

**(3) 시약**

- (가) XAD-2 resin : 시약등급
- (나) 1-Naphthylisothiocyanate (NTIC): 시약등급
- (다) Methylene chloride : 시약등급
- (라) Dimethylformamide (DMF) : HPLC 분석등급
- (마) Isooctane : HPLC 분석등급
- (바) Isopropanol : HPLC 분석등급
- (아) Diethylenediamine (DETA) : 고순도 등급
- (자) 표준원액 : 4.8 mg/ml, 95.4 mg DETA를 600 mg의 NTIC에 녹여 최소 1시간 정도 방치한 후 DMF 용매를 사용하여 20 ml로 희석한다.

※ 주의 : 아민류들의 증기는 눈, 코, 기관지 등의 호흡기 계통에 자극을 주며, 액체형태는 눈에 심각한 손상을 야기하거나 피부에 화상을 유발할 수 있으므로 주의가 필요하다.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ③ 0.01 - 0.1 ℓ/분에서 정확한 유량으로 1 - 20 L정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다.
- ② 각 바이엘에 2.0 ml의 탈착액(DMF)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 초음파 세척조에서 30분 정도 흔든다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 물질 (DMF로 표준원액을 희석하여 만듦)로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 분석대상물질을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브(NTIC로 코팅된 튜브)에 주입한다.
- ㉡ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉢ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉣ 다음식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 10  $\mu$ l
  - ㉡ 이동상 : 50/50 isotane/isopropanol
  - ㉢ 유량 : 3 ml/min
  - ㉣ 칼럼 (Column) : 10- $\mu$ m radial cyano, 10 cm $\times$ 8-mm ID in Waters RCM-100 radial compression mode

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(5) 검출기 : UV, 254 nm

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 포집 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2540. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 60. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-092

## 디하이드록시벤젠

1. 물질명 : 디하이드록시벤젠(Dihydroxy benzene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디하이드록시벤젠
화학식	HOC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> OH
CAS No.	123-31-9
분자량	110.11
비중(20℃)	1.33
끓는점(℃)	285
증기압(mmHg, 25 ℃)	1.8×10 <sup>-5</sup>

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	2	-	2(A3)	-	2
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 막 여과지 (0.8-<math>\mu</math>m, cellulose ester membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 4 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소 - 30 <math>\ell</math> (at 2 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p>최대 - 180 <math>\ell</math></p> <p>2. 현장처리 및 운반 : 시료채취 후 필터를 병에 옮긴 후 즉시 1% acetic acid 10 ml를 첨가하여 운반한다.</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일 (at 25<math>^{\circ}</math>C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 방 법 : 1% acetic acid, 10 ml</p> <p>(2) 회수율: 105%</p> <p>3. 검량선 : 0.01 - 0.8 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.06 - 0.8 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.030</p> <p>5. 검출한계 : 0.01 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.7 - 8 mg/m<sup>3</sup> (90 L 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 알려진 것이 없음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 막 여과지로 채취하여 1% acetic acid로 추출한 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 막여과지 (0.8- $\mu$ m, cellulose ester membrane), 직경 37-mm 카세트 홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4  $\ell$ /min의 펌프
- (다) High Performance Liquid Chromatograph, detector : UV (290 nm)
- (라) Column : 25-cm $\times$ 4.6-mm ID Partisil 10-ODS,  $\mu$ -Bondapak C<sub>18</sub> or equivalent; ambient temperature, 400 to 600 psi
- (마) 마이크로 실린지
- (바) 용량플라스크 : 10, 25 ml, 1  $\ell$
- (사) 낮고 폭이 넓은 형태의 병 : 60 ml용량(with PTFE film gaskets and screw cape)
- (아) 실린지
- (자) 핀셋

### (3) 시약

- (가) 디하이드록시벤젠(Dihydroxy benzene, 동의어 : Hydroquinone) : 시약등급
- (나) 증류수
- (다) 1% 아세트산(Acetic acid) : 500 ml 가량의 증류수가 든 1  $\ell$  용량플라스크에 10 ml acetic acid를 넣고 증류수로서 눈금까지 채운다.
- (라) 표준원액(calibration stock solution) : 3.6 mg/ml, 디하이드록시벤젠 0.09g을 25 ml 용량 플라스크에 넣고 1% acetic acid 용액으로 눈금까지 채운다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 1 - 4  $\ell$ /분에서 정확한 유량으로 30 - 180  $\ell$  정도 시료를 채취한다.
    - ※ 이 방법은 단지 디하이드록시벤젠(하이드로퀴논) 에어로졸 채취에 사용된다.
  - ③ 시료채취가 끝나면 채취기(카세트) 홀더를 분리한 후 채취기내에 들어있는 필터를 핀셋을 이용하여 60 ml 용량의 병에 옮기고 즉시 1% acetic acid 10 ml를 첨가한다. 현장 공시료 역시 이와 똑같이 병행한다.
  - ④ 필터와 추출용액이 든 병을 실험실로 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 병에 담겨져 있는 시료용액을 25 ml 용량플라스크에 옮겨 담는다.
  - ② 1% acetic acid 5ml로 시료용액이 담겨져 있던 병을 두 번 정도 헹구어 이 용액을

다시 시료가 든 용량플라스크에 옮겨 담는다. 최종적으로 1% acetic acid 용액으로 용량플라스크 눈금까지 채운다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.01 - 0.8 mg/시료)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 물질로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 일정량의 검량선 작성용 표준원액을 25 ml 용량플라스크에 첨가한 후 1% acetic acid로 눈금까지 채워 희석시킨다. 이 용액을 적절히 희석하여 표준용액을 준비한다.
- ㉡ 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ㉢ 회수율(R)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 적절한 농도수준에서 각각 여러 개의 필터를 준비하여 첨가시료를 만든다.
- ㉣ 표준원액을 미량주사기를 이용하여 필터에 떨어뜨린 후 이 필터를 병에 옮기고 여기에 1% acetic acid 10 ml 첨가하여 하룻밤 정도 방치시킨다. 전처리는 시료와 동일한 방법으로 수행한다.
- ㉤ 회수율을 보기 위한 첨가 시료를 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉥ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.  
회수율(R) = 검출량/ 첨가량

### (나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 100  $\mu$ l
  - ㉡ 이동상 : 1% acetic acid in H<sub>2</sub>O
  - ㉢ 유량 : 1 mL/min
  - ㉣ 검출기 : UV, 290 nm
- ② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B) \times 10^3}{V \times R}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 시료의 양 (mg)

B : 공시료의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

R : 회수율

#### 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5004. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-093

## 말레익언하이드라이드

1. 물질명 : 무수 말레인(Maleic anhydride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	무수 말레인
화학식	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
CAS No.	108-31-6
분자량	98.06
비중(22℃)	1.43
끓는점(℃)	199
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.2

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.25	1.0	0.1(A4)	0.4(A4)	0.25	1
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 버블러(15ml 증류수)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1.5 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 40 ℓ (at 1.0 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 500 ℓ</p> <p>2. 운반 : 시료채취 후 버블러 내 용액의 옆지름을 방지하기 위해 테플론 마개로 입,출구 부분을 막아서 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일 이하 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 회수율 : 104%</p> <p>3. 검량선 : 20 - 800 μg/10ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 36 - 1080 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.035 (at 181 - 723 μg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 15 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 0.1 - 3 mg/m<sup>3</sup> (360 L 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : maleic anhydride는 maleic acid로 전환될 수 있기 때문에 maleic acid가 방해물질이 될 수 있음을 고려해야 한다.</p>

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 증류수가 든 버블러를 이용하여 채취한 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

(가) 채취기 : 버블러(bubbler), 15 ml 증류수를 담을 수 있는 25 ml 용량의 크기

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 1.5 ℓ/min의 펌프
- (다) High Performance Liquid Chromatograph, detector : UV (254 nm)
- (라) Column :  $\mu$ -Bondapak C<sub>18</sub>, 10- $\mu$ m particle size, 30-cm×3.9-mm ID or equivalent
- (마) 테플론(Teflon) 마개 및 튜브
- (바) 실린지 : 50 - 1000  $\mu$ ℓ
- (사) 용량플라스크 : 10, 100 ml, 1 ℓ
- (아) 피펫 : 10, 15 ml
- (자) 눈금이 새겨진 실린더 : glass, 25 ml

### (3) 시약

- (가) 무수 말레인(Maleic Anhydride) : ACS 등급
- (나) Dicyclohexylamine : ACS 등급
- (다) Formic acid : ACS 등급
- (라) Methanol
- (마) Acetone
- (바) 증류수
- (사) 표준원액 : 1 mg/ml, maleic anhydride 10 mg을 10 ml 용량플라스크에 넣고 acetone으로 녹여 눈금까지 채운다.
- (아) 이동상 용액 : dicyclohexylamine 10 ml와 formic acid 10 ml을 100ml 용량플라스크에 넣고 증류수로 눈금까지 채워 희석시킨다. 이 용액 10 ml와 methanol 250 ml을 1 ℓ 용량플라스크에 넣고 다시 증류수로 눈금까지 채워 희석시킨다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 15 ml 증류수를 버블러에 넣는다.
  - ③ 증류수가 든 버블러의 출구(outlet) 부분을 튜브를 이용하여 아무것도 넣지 않은 버블러와 연결시킨 후 이들 버블러들을 펌프와 연결시킨다.
  - ④ 0.2 - 1.5 ℓ/분에서 정확한 유량으로 40 - 500 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ⑤ 시료채취 후 운반시 시료가 든 용액의 옆지름을 방지하기 위해 적절한 상자에 버블



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

러를 넣고 움직이지 않게 한다. 그리고 테플론 튜브로 연결되어 있는 버블러들의 입구(inlet)와 출구(outlet) 부분을 잘 밀봉한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 버블러에 담겨져 있는 시료 용액을 25 ml 용량의 실린더에 옮겨 담는다.
- ② 증류수를 이용하여 최종 용량이 15 ml가 되게 한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(20 - 800 µg/10 ml 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 50 µl
  - ㉡ 이동상 : 0.5% dicyclohexylamine/0.5% formic acid/25% methanol/74% water
  - ㉢ 유량 : 1.7 mL/min
  - ㉣ 검출기 : UV, 254 nm
- ② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

W : 시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

B : 공시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

V : 채취 공기량( $\ell$ )

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3512. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-094
---------

1. 물질명 : 무수초산(Acetic anhydride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	무수초산
화학식	(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O
CAS No.	108-24-7
분자량	102.09
비중(15℃)	1.080
끓는점(℃)	139
증기압(mmHg, 20 ℃)	4

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	5	21	5	20
STEL/Ceiling(C)	5(C)	20(C)	-	-	-	-

4. 분석방법 : 분광광도계법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 버블러 (10ml alkaline hydroxylamine)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소 - 25 ℓ</p> <p>최대 - 100 ℓ</p> <p>2. 운반 : 버블러 케이스 준비 등 주의해서운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : ≥4일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 분광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계(Visible Absorption Spectrophotometry)</p> <p>2. 채취효율 : 100±1 %</p> <p>3. 검량선 : 0.05 - 4 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.5 - 4 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.021 (at 1 - 4 mg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 mg/시료</p> <p>6. 적용 : 5 - 40 mg/m<sup>3</sup> (100 L 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : esters, acid chlorides, aldehydes 등 hydrolyzable carbonyl group이 방해물질로 작용할 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 든 버블러를 통과시켜 공기중의 무수초산을 흡수시킨 다음 분광광도계를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 버블러(bubbler), 유리관(공기주입구) 밑부분이 최대 170 - 220 mm 공극 크기의 미세다공성으로 구성되어 있으며 비반응성 마개(PTFE or glass)를 갖춘 버블러

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 1.0 ℓ/min의 펌프
- (다) 분광광도계, 540 nm 파장, 5-cm cuvettes
- (라) 역류방지 튜브(Splashover tube) : glass, 5 cm long, 8-mm OD, 6-mm ID, 유리섬유 (glass wool)로 충전되어 있음.
- (마) 용량플라스크 : 50, 100 ml, 1 ℓ
- (바) 피펫 : 1, 5, 10 ml
- (사) 마이크로 피펫 : 10 - 100 μℓ
- (아) 냉욕조(Ice bath)

**(3) 시약**

- (가) Hydroxylamine hydrochloride 용액 : (NH<sub>2</sub>OH)Cl 200g을 1 L 용량플라스크에 넣고 증류수로 눈금까지 채운다. 빛에 보호되는 용기에서 냉장 보관한다. 제조 후 2주 후에는 이 용액을 사용하지 아니한다.
- (나) 수산화나트륨 (Sodium hydroxide) 용액 : 수산화나트륨 200g을 증류수에 녹인 후 이 용액을 1 L 용량플라스크에 넣어 증류수로 눈금까지 채운다.
- (다) 흡수액 : 시료채취 바로 전에 Hydroxylamine hydrochloride 용액과 Sodium hydroxide 용액을 똑같은 비율로 섞어 버블러내 흡수액으로 사용한다. 이 혼합된 용액은 2시간이 지난 후에는 사용하지 아니한다.
- (라) HCl : water, 1:1 (v/v). 염산과 증류수를 똑같은 비율로 섞어 준비한다.
- (마) 염화 제2철 용액 : FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O 100g을 1 L 용량플라스크에 넣고 1:1(v/v) HCl:water 용액으로 녹인 후 눈금까지 채운다.
- (바) 아세톤
- (사) 무수초산 표준원액 : 무수초산 10 ml를 100 ml 용량플라스크에 넣고 아세톤으로 눈금까지 채운다. 이 용액은 2시간 이내에 사용되어야 한다.

※ 주의 : 무수초산은 가연성(flash point = 54℃)의 성질을 가지며, 액체나 증기 모두 조직의 탈저나 염증을 유발한다. 또한 피부에 알러지성 반응을 유발할 수도 있다.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 버블러와 시료채취 펌프 사이 버블러 용액의 역류를 방지하기 위해 유연성튜브 조각을 이용하여 유리로 된 splashover 튜브를 연결한다.
- ③ 10 ml 흡수액을 버블러에 넣는다. 이때 흡수액은 시료채취 직전에 제조되어 준비되어야 한다.
- ④ 0.2 - 1.0 l/분에서 정확한 유량으로 25 - 100 l 정도 시료를 채취한다. 매 2시간마다 버블러를 교체하여 흡수액의 신선함을 유지시킨다.
- ⑤ 시료채취 후 버블러의 안쪽 유리관(공기주입구)을 조심스럽게 꺼내어 흡수액 1-2 ml로 씻어서 떼어낸다. 이때 이 씻은 흡수액은 버블러내 흡수액에 더해지게 된다.
- ⑥ 비반응성 마개를 사용하여 버블러를 견고하게 밀봉한 다음 직접 손으로 조심스럽게 운반한다. 또는 각 버블러내 흡수액을 유리 바이얼에 옮겨 담아 밀봉하여 운반한다. 바이얼에 옮겨 담을 때 버블러내를 1-2 ml 흡수액으로 꼭 헹구어준다.

(나) 시료의 전처리

- ① 시료 용액을 50 ml 용량플라스크에 옮겨 담는다.
- ② 버블러 용기 안쪽을 1 ml 증류수로 2번 정도 헹구고 이 헹굼용액을 플라스크에 옮겨 담는다. 만약 무수초산이 시료에 4mg 이상으로 포함되어 있다면 적절히 더 희석한다.
- ③ 염화 제2철(ferric chloride) 용액 5 ml를 시료용액이 든 플라스크에 첨가한다.
- ④ 냉욕조(ice bath) 내에서 흡수액(sodium hydroxide solution, hydroxylamine hydrochloride solution)과 염화 제2철(ferric chloride) 용액을 똑같은 비율로 섞은 후, 이 용액을 시료 용액이 든 50 ml 용량플라스크에 넣어 눈금까지 채운다. 자중 빛의 합성물이 급속히 형성되는 것이 관찰되어질 것이다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.05 - 4 mg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위의 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 6개의 50 ml 용량플라스크 각각에 흡수액 10 ml를 넣은 후, 무수초산 표준원액 0, 10, 20, 40, 80, 100  $\mu$ l를 첨가한다.
  - ㉡ 위 시료전처리 과정의 3), 4) 과정과 같이 처리한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

(나) 분석

분광광도계 기기를 작동시키고 540 nm 조건에서 먼저 셀(cell)안을 증류수로 채워 이때의 흡광도를 기준선(바탕선) 0으로 조절한다. 이 후 검량선 작성용 표준용액 및 각 시료 용액을 차례로 셀(cell)안에 넣고 그때의 흡광도를 측정(기록)한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 시료의 양 (mg)

B : 공시료의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3506 In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-095

## 알릴글리시딜에테르

1. 물질명 : 알릴글리시딜에테르(Allyl glycidyl ether)

2. 물리·화학적 특성

구 분	알릴글리시딜에테르
화학식	CH <sub>2</sub> CHCH <sub>2</sub> OC <sub>3</sub> H <sub>5</sub> O
CAS No.	106-92-3
분자량	114.14
비중(20℃)	0.970
끓는점(℃)	154
증기압(mmHg, 25 ℃)	4.7

3. 허용농도

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	22	1(A4)	4.7(A4)	-	-
STEL/Ceiling(C)	10	44	-	-	10(C)	45(C)

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체포집</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Tenax GC, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 1.5 ℓ (at 5 ppm) 최대 - 8ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID 로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : diethyl ether 2 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율: 89.9 - 101% (at 67 - 269μg/시료)</p> <p>3. 검량선 : 10 - 800 μg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 30 - 300 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.034</p> <p>5. 검출한계 : 10 μg/시료</p> <p>6. 적용 : 2 - 20 ppm (3 L 공기채취시)</p> <p>7. 방해작용 : 정의된 것이 현재 없음.</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 포집하여 diethyl ether로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채집기 : 흡착튜브 (borosilicate tube, Tenax GC, 100 mg/50 mg, 10-cm long, 8-mm OD, 6-mm ID) (SKC Cat. No. 226-35-03)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Stainless steel, 6.1m x 3.2-mm ID, pack with 10% FFAP on 100/120 mesh Supelcoport
- (마) 바이엘 : 5 ml, PTFE-line crimp caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10 μℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫 : 2 ml

**(3) 시약**

- (가) 알릴글리시딜에테르(Allyl glycidyl ether) : 시약등급
- (나) 디에틸에테르(diethyl ether) : 대략적으로 0.1 mg/ml isoamyl alcohol 또는 다른 적절한 내부표준물질 포함
- (다) 헥산(Hexane)
- (라) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

※ 주의 : Allyl glycidyl ether는 인화성물질(flash point = 57°C)로 피부나 눈에 심한 자극성을 유발한다. Diethyl ether 역시 화재·폭발(flash point = -45°C) 유해성을 가진 물질로 저장기간 동안 폭발산화물로 형성될 수 있다. 따라서 모든 작업은 후드 내에서 이루어져야 한다.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.02 - 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 1.5 - 8 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브 시료의 앞 층과 뒤 층을 따로 각각 바이얼에 옮겨 담는다. 이때 유리섬유와 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이얼에 2.0 ml의 탈착액(디에틸에테르)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(10 - 800  $\mu\text{g}/\text{시료}$ )가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 일정량의 알릴글리시딜에테르를 10 ml 용량플라스크에 넣고 디에틸에테르로 눈금까지 채워 희석시킨다. 이 용액을 적절한 범위로 희석하여 표준용액을 준비한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 앞 층을 5 ml 바이얼에 넣는다.
  - ㉡ 분석대상 용액을 미량주사기를 이용하여 바이얼 안에 든 sorbent에 직접 주입한다. (1 - 10  $\mu\text{l}$  정도).
  - ㉢ 바이얼을 밀봉한 후 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 2  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}\text{C}$   
           검출부(Detector) : 280  $^{\circ}\text{C}$   
           칼 럼 (Column) : 150  $^{\circ}\text{C}$

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

다음식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)  
W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)  
B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)  
B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)  
V : 포집 공기량(ℓ)  
DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료 파파가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2545. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-096
---------

## 에틸렌글리콜

1. 물질명 : 에틸렌글리콜(Ethylene glycol)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸렌글리콜
화학식	CH <sub>2</sub> OHCH <sub>2</sub> OH
CAS No.	107-21-1
분자량	62.07
비중(20℃)	1.113
끓는점(℃)	197.2
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.05

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	-	-	-	-
STEL/Ceiling(C)	50(C)	125 <sup>a</sup> (C)	-	100 <sup>b</sup> (C) (A4)	No PEL	No PEL

<sup>a</sup> vapor and mist

<sup>b</sup> aerosol only

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (glass fiber filter, 13-mm; XAD-7, 200 mg/100 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.5 - 2 l/min (4) 총량 : 최소 - 5 l 최대 - 60 l  2. 운반 : 냉장운반  3. 시료의 안정성 : 14일 (at 5°C)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID 로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : methanol 2 ml를 넣고 30분간 초음파 처리 (2) 효율: 93.4 - 101%  3. 검량선 : 7 - 22 µg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 33 - 218 µg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.043  5. 검출한계 : 7 µg/시료  6. 적용 :  7. 방해작용 : 정의된 것이 현재 없음.

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 메탄올로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (XAD-7 OVS tube, 200 mg/100 mg, 13-mm glass fiber filter가 앞  
층 앞에 부착)(SKC #226-57)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 2 ℓ/min의 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Rtx-35 fused silica capillary, 30m, 0.53-mm ID, 3- $\mu$ m film
- (마) 초음파 수욕조
- (바) 바이얼 : 4 ml, screw caps
- (사) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (아) 용량플라스크
- (자) 피펫

### (3) 시약

- (가) 에틸렌글리콜(Ethylene glycol) : 시약등급
- (나) 메탄올(Methanol) : 크로마토그래피 등급
- (다) 헬륨(He)가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 Air
- (바) 표준원액(calibration stock solution) : 10 mg/ml, 에틸렌글리콜 100 mg(0.09ml 정도)을  
10 ml 용량플라스크에 넣고 메탄올로 눈금까지 채운다.

※ 주의 : glycol mists 흡입은 호흡기계 자극을 유발한다. 메탄올은 가연성물질로 화재위  
험성이 있다. 따라서 모든 작업은 후드 내에서 이루어져야 한다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝 마개를 제거한 후 유연성 튜브를 이용하여  
펌프에 연결한다.
  - ③ 0.5 - 2ℓ/분에서 정확한 유량으로 5 - 60 ℓ 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브의 양쪽을 마개로 다시 막고, 드라이아이스 박스에 넣어  
냉장 운반한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브 시료의 앞 층과 glass fiber filter를 4 ml 용량의 screw cap이 달린 바이얼에 넣는다. 뒤 층은 다른 바이얼에 옮겨 담으며 이때 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이얼에 2.0 ml의 탈착액(메탄올)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 바이얼을 초음파 수욕조에 넣어 30분 동안 전처리 한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(7 - 22 $\mu$ g/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준 물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 6개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착검정(DE)을 위한 표준원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브내 필터 위에 직접 주입한다.
- ㉡ 1 l/min의 유량으로 60분간 흡착튜브내로 공기를 통과시킨다.
- ㉢ 튜브의 양쪽을 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 2.4 - 2.6 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 300  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 40  $^{\circ}$ C, 8 $^{\circ}$ C/min to 230  $^{\circ}$ C
- ② 피크의 면적을 측정한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)  
W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)  
B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)  
B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)  
V : 채취 공기량(ℓ)  
DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료 파과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5523. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-097
---------

## 에틸렌글리콜 모노부틸 아세테이트

1. 물질명: 에틸렌글리콜 모노부틸에테르 아세테이트(Ethylene glycol monobutyl acetate)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸렌글리콜 모노부틸에테르 아세테이트
화학식	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>
CAS No.	112-07-2
분자량	160.2
비중(20℃)	0.94
끓는점(℃)	192
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.3

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	20(A3)	130(A3)	No PEL	No PEL
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.1 ℓ/min (4) 총량 : 48 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : ≤15일  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID 검출기로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 95/5(v/v) methylene chloride/ methanol, 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율: 101.5 %  3. 정 도 : (1) 범 위 : 0.79 - 3.17 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.002  4. 검출한계 : 7.5 µg/시료  5. 적용 :  6. 방해작용 :

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 탈착용매로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 활성탄관(coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 30-m×0.25-mm ID, 0.25-µm film, fused silica Nukol column
- (마) 마이크로 실린지 : 10 µℓ
- (바) 용량플라스크 : 10 ml

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (사) 피펫 : 1 ml
- (아) 바이얼 : 2 ml Glass, PTFE-line crimp caps

### (3) 시약

- (가) Ethylene glycol monobutyl acetate (2-butoxyethyl acetate) : 시약등급
- (나) Methylene chloride : 크로마토그래피 등급
- (다) 메탄올 : 크로마토그래피 등급
- (라) 적절한 내부표준물질(예 : 2-ethyl-1-hexanol) : 시약등급
- (마) 질소 및 수소가스, 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.1 l/min에서 정확한 유량으로 48 l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이얼에 넣는다.
- ② 각 바이얼에 탈착용매인 95/5 (v/v) methylene chloride/methanol 1 ml를 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

① 기기 조건

- ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
- ㉡ 운반가스 : 질소, 20 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 150  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 200  $^{\circ}$ C  
 칼 럼 (Column) : 90  $^{\circ}$ C

② 피크의 면적을 측정한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 83. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-098
---------

## 요오드

1. 물질명 : 요오드(Iodine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	요오드
화학식	I <sub>2</sub>
CAS No.	7553-56-2
분자량	253.81
비중(20℃)	4.93
끓는점(℃)	185.2
증기압(mmHg, 25 ℃)	0.305

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	-	-	-	-
STEL/Ceiling(C)	0.1(C)	1(C)	0.1(C)	1(C)	0.1(C)	1(C)

4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 09
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (alkali-treated charcoal, 100 mg/50 mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소 - 15 ℓ (0.05 ppm)</p> <p>최대 - 225 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 8일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 이온크로마토그래피를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : 이온크로마토그래피</p> <p>2. 분석대상 : 요오드 이온(I<sup>-</sup>)</p> <p>3. 탈착</p> <p>(1) 방법: 10 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 3ml 첨가</p> <p>(2) 효율: 96.2% (at 8.8 - 30 μg/시료, I<sub>2</sub>)</p> <p>(3) 검량선 : 1 - 60 μg/ml (I<sup>-</sup>) or 1.2 - 72 μg/ml (I<sub>2</sub>)</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 8 - 200 μg/시료 (I<sub>2</sub>)</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.071 (at 10 - 30 μg/시료)</p> <p>5. 검출한계 : 1 μg/시료 (I<sub>2</sub>)</p> <p>6. 적용 : 0.05 - 5 ppm (15L 공기채취)</p> <p>7. 방해작용 : 입자상의 요오드화염, HI, 유기성 요오드화물질들이 방해물질로 작용할 수 있다. 하지만 전처리 된 흡착 튜브 상에서 이러한 물질들의 채취에 대해서는 연구된 바 없다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 알카리 탈착용매로 탈착시킨 후 일 정량을 이온크로마토그래피에 주입하여 정량 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 흡착튜브(Alkali-treated coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg, 7 cm long, 6-mm OD, 4-mm ID) (SKC No. 226-67)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 - 1.0 l/min의 펌프
- (다) Ion chromatograph, 전도도 검출기(conductivity detector), 음이온 서프레스서(anion suppressor)
- (라) 초음파 수욕조(Ultrasonic bath)
- (마) 바이엘 : 20 ml glass, PTFE-line screw caps
- (바) 주사기 : 3 ml, 루어팁(luer tip)이 있는 폴리에틸렌 주사기
- (사) 용량플라스크 : 10, 50, 100 ml
- (아) 피펫 : 0.05 - 3 ml
- (자) 실린지 필터(전처리 필터) : PTFE 재질, 13-mm diameter, 5- $\mu$ m pore size
- (차) 폴리에틸렌 병 : 100 ml
- (카) 마이크로 실린지 : 5  $\mu$ l

**(3) 시약**

- (가) 증류수 :  $\leq 10 \mu\text{s/cm}$  이하의 전기 전도도를 갖도록 여과된 증류수
- (나) 탄산나트륨( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ): 시약등급
- (다) KI : 시약등급
- (라)  $\text{I}_2$  : 시약등급
- (마) 톨루엔
- (바) 용리액(eluent) : 10 mM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  4.240 g을 증류수에 첨가하여 녹여 4 l가 되게 한다.
- (사) 표준원액(calibration stock solution) : 1000  $\mu\text{g/ml}$  ( $\text{I}^-$ ), KI 0.1308 g을 증류수에 첨가하여 녹여 100 ml가 되게 한다.
- (아) 탈착검정(DE)을 위한 원액 : 50  $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ ,  $\text{I}_2$  500 mg을 톨루엔에 첨가하여 녹여 10 ml가 되게 한다.

\* 주의 : 요오드는 눈과 호흡기계 계통에 매우 자극적인 물질이므로 주의 요함.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.5 - 1.0 ℓ/분에서 정확한 유량으로 15 - 225 L정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.
- ※ 만약 저장기간이 7일 이상으로 길어지면 시료를 냉장 보관한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 냉장 보관된 시료를 실내온도 조건과 맞추기 위해 냉장고에서 꺼내어 방치하여 놓아둔다.
- ② 흡착튜브의 앞 층과 앞부분의 유리섬유(glass wool plug) 그리고 뒤 층과 뒷부분의 우레탄 폼(foam plug)을 각각 다른 바이엘에 넣는다.
- ③ 각 바이엘에 3.0 ml의 용리액(탈착액)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ④ 실내온도와 같은 조건에서 2분 동안 초음파 수욕조에 넣어 흔들여 방치한다.
- ⑤ 13-mm PTFE 전처리 여과 필터를 갖춘 3 ml 주사기를 이용하여 시료를 여과한다.
- ※ IC 기기의 밸브 및 칼럼 등에 시료 막힘을 방지하기 위해 모든 시료 및 이동상의 용매들은 사용하기(분석하기) 전에 반드시 전처리 필터로 걸러주어야 한다.

(5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 60  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ( $\Gamma$ ) 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 검량선 작성용 표준원액을 일정량 50 ml 용량플라스크에 넣고 용리액으로 눈금까지 채워 희석시킨다. 이 용액을 적절히 시료범위에 포함되게끔 희석하여 표준용액을 준비한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거하고 앞 층의 전처리 된 charcoal만 바이엘에 넣는다.
- ㉠ 탈착검정(DE)을 위한 원액을 미량주사기를 이용하여 바이엘 안에 든 charcoal에 주입한다(2 - 5 $\mu\text{l}$ 정도).
- ㉠ 바이엘 마개를 막고 하룻밤 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉕ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

이온크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉖ 주입량 : 50  $\mu$ l
  - ㉗ 칼럼: HPIC-AS4A anion separator, HPIC-AG4A anion guard, micro membrane 서프레이서 or 이와 유사한 성능을 가진 서프레이서
  - ㉘ 유량 : 3 ml/min
  - ㉙ 전도도 설정 : 3  $\mu$ s full scale
- ② 피크의 면적을 측정한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{1.2 \cdot (W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- DE : 탈착효율

변환계수 1.2 = 요오드 이온(I<sup>-</sup>)을 요오드(I<sub>2</sub>)로 변환하기 위한 화학량적 계수



KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

### 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6005. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-099
---------

1. 물질명 : 트리에틸아민(Triethylamine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	트리에틸아민
화학식	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> N
CAS No.	121-44-8
분자량	101.19
비중(25℃)	0.73
끓는점(℃)	89.7
증기압(mmHg, 20 ℃)	54

3. 허용농도

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	40	1(A4)	4.1(A4)	25	100
STEL/Ceiling(C)	15	60	3(A4)	12.4(A4)	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체포집</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (10% phosphoric acid로 코팅된 XAD-7 tube)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 10 ℓ 최대 : 20 ℓ (at 0.2 ℓ/min)</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : ≤12일</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 1:1 메탄올:증류수 and 1:4 1.0N NaOH:메탄올</p> <p>(2) 효율: 99.9%</p> <p>3. 검량선 : 1 - 414 μg/ml</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 20.7 - 414 μg/ml</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.010</p> <p>5. 검출한계 : 1 μg/시료</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 :</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 포집하여 탈착용매로 탈착한 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

(2) 기구

- (가) 채집기 : 흡착튜브 (10% phosphoric acid로 코팅된 XAD-7, 80 mg/40 mg, 7-cm long, 6-mm OD) (SKC Cat No. 226-98)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.1 ~ 0.5 ℓ/min의 펌프

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) Gas chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 60 m Stabilwax DB, 1.0- $\mu$ m film thickness, 0.32-mm ID
- (마) 마이크로 실린지
- (바) 용량플라스크
- (사) 피펫
- (아) 바이얼 : 2 ml(with Teflon-lined caps)

### (3) 시약

- (가) 트리에틸아민(Triethylamine) : 시약등급
- (나) 증류수
- (다) 메탄올 : HPLC 등급
- (라) 질소가스, 수소가스, 여과된 공기
- (마) 염화나트륨(Sodium hydroxide) : 시약등급
- (바) 1.0 N NaOH 용액 : NaOH 4g을 100 ml 용량플라스크에 넣어 증류수로 녹인 후 눈금까지 채운다.
- (사) 탈착용매 : 50 ml 메탄올과 50 ml 증류수를 섞어 준비한다.
- (아) 중화용액(neutralizing solution) : 1.0 N NaOH 용액 20 ml와 메탄올 80 ml를 섞어 준비한다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.1 l/분에서 정확한 유량으로 10 l 정도 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이얼에 넣는다.
  - ② 각 바이얼에 1.0 ml의 1:1 증류수:메탄올 용액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ④ 각 바이얼에 든 시료용액 중 0.5 ml를 제거한 후 여기에 다시 1:4 비율의 1.0 N NaOH:메탄올 0.5 ml를 첨가하여 시료를 중화시킨다. 바이얼을 완전히 밀봉하여 흔들어 골고루 혼합되게끔 한 후 이 용액을 분석한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 414  $\mu\text{g/ml}$ )가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다.
  - ㉠ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브에 주입한다.
  - ㉡ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉢ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉣ 다음식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{첨가량}$$

### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스 : 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 180  $^{\circ}\text{C}$   
 검출부(Detector) : 220  $^{\circ}\text{C}$   
 칼럼(Column) : 80  $^{\circ}\text{C}$ 에서 2분, 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 130  $^{\circ}\text{C}$ 에서 3분
- ② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 포집 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

## 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV2060. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-100

## 트리클로로아세트산

1. 물질명 : 트리클로로아세트산(Trichloroacetic acid)

2. 물리·화학적 특성

구 분	트리클로로아세트산
화학식	CCl <sub>3</sub> COOH
CAS No.	76-03-9
분자량	163.38
비중(25℃)	1.62
끓는점(℃)	196
증기압(mmHg, 51 ℃)	1.3

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	7	1(A3)	6.7(A3)	No PEL	No PEL
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Silica gel, 150 mg/75 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 10 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : ≤12일  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출 (2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC  2. 탈착 (1) 방법 : 증류수, 1 ml (2) 효율 : 100 %  3. 검량선 : 0.7 - 90 μg/ml  4. 정 도 : (1) 범 위 : 7.88 - 78.8 μg/ml (2) 정 밀 도 : 0.004  5. 검출한계 : 1 μg/시료  6. 적용 :  7. 방해작용 :

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취하여 증류수로 탈착시킨 후 일정량을 고성능액체크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 실리카겔(Silica gel tube, 7-cm long, 6-mm OD, 4-mm ID, 150 mg/75mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 ℓ/min의 펌프
- (다) High Performance Liquid Chromatograph, detector : UV (229 nm)
- (라) Column : 8-cm×6.2-mm Golden series Zorbax ODS
- (마) 마이크로 실린지 : 10, 100 μℓ

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (바) 용량플라스크 : 5, 10 ml
- (사) 피펫 : 1, 2 ml
- (아) 바이얼 : 4 ml Glass, PTFE-line crimp caps

### (3) 시약

- (가) 트리클로로아세트산(Trichloroacetic acid) : 시약등급
- (나) 증류수
- (다) 메탄올 : HPLC 등급
- (라) 인산(Phosphoric acid) : 시약등급

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.2ℓ/분에서 정확한 유량으로 10ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이얼에 넣는다.
- ② 각 바이얼에 1.0 ml의 증류수를 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.7 - 90  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

(나) 분석

고성능액체크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 40  $\mu$ l
  - ㉡ 이동상 : 75/25/0.1, 증류수:메탄올:인산
  - ㉢ 유량 : 1 mL/min
  - ㉣ 검출기 : UV, 229 nm
- ② 피크의 면적을 측정한다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 ( $\mu$ g)
- B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 ( $\mu$ g)
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- DE : 탈착효율

참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV2017. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-101
---------

## 포스핀

1. 물질명 : 포스핀(Phosphine)
2. 물리·화학적 특성

구 분	포스핀
화학식	PH <sub>3</sub>
CAS No.	7803-51-2
분자량	34.00
증기 밀도	1.17
끓는점(℃)	-87.8
증기압(mmHg, 20 ℃)	-

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.3	0.4	0.3	0.42	0.3	0.4
STEL/Ceiling(C)	1	1	1	1.4	-	-

### 4. 분석방법 : 분광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 10
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Hg(CN)<sub>2</sub>-코팅된 실리카겔, 300/150mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 1 ℓ (at 0.3 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 16 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 7일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡착튜브로 채취하여 추출한 후 분광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계(Visible Absorption Spectrophotometry)</p> <p>2. 분석대상 : 인산염(phosphate)</p> <p>3. 추 출 : 10 ml hot(65-70℃) acidic permanganate reagent solution</p> <p>4. 검량선 : 0.1 - 10 μg PH<sub>3</sub>/시료</p> <p>5. 정 도 :</p> <p style="padding-left: 20px;">(1) 범 위 : 0.3 - 10 μg/시료</p> <p style="padding-left: 20px;">(2) 정 밀 도 : 0.074 (at 2.6 - 17.4 μg/시료)</p> <p>6. 검출한계 : 0.1 μg/시료</p> <p>7. 적용 : 0.013 - 0.6 ppm (16 L 공기채취시)</p> <p>8. 방해작용 : PCl<sub>3</sub>, PCl<sub>5</sub> 증기들과 유기인 화합물 등이 방해물질로 작용할 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡착튜브로 채취한 후 추출액으로 추출하여 분광광도계를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 흡착튜브 (glass tube, 12-cm long, 6-mm OD, 4-mm ID, mercuric cyanide

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(Hg(CN)<sub>2</sub>)로 코팅된 실리카겔, 300 mg/150 mg), 부록 참조

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 펌프
- (다) 분광광도계, 625 nm 파장, 5-cm 흡광 셀(cell)
- (라) 분리용 깔때기(Separatory funnel), 125 ml
- (마) 비커 : 50 ml
- (바) 피펫 : 0.2, 10, 25 ml
- (사) 용량플라스크 : 10, 25, 100, 1000 ml
- (아) 수욕조(water bath, 65-75°C)
- (자) 눈금이 새겨진 실린더 : 유리, 10 ml
- (차) 실린지 : 0.5, 1.0 ml
- (카) 저울(balance)
- (타) 온도계
- (파) 스톱워치(stopwatch)
- (하) 기압계(barometer)

### (3) 시약

- (가) Potassium dihydrogen phosphate : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, ACS 등급
  - (나) 황산(Sulfuric acid, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) : ACS 등급
  - (다) Ammonium molybdate, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> · 4H<sub>2</sub>O
  - (라) Ferrous ammonium sulfate, Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>
  - (마) Potassium permanganate, KMnO<sub>4</sub>
  - (바) Stannous chloride, SnCl<sub>2</sub>
  - (사) Glycerol
  - (아) Toluene
  - (자) Isobutanol
  - (차) Methanol
  - (카) 증류수
  - (타) Mercuric cyanide, Hg(CN)<sub>2</sub>
  - (파) Standard phosphate 용액 : KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 200 mg을 1 L 용량플라스크에 넣고 증류수로 녹여 눈금까지 채운다. ( 1 ml = 49.94 μg PH<sub>3</sub>)
  - (하) Molybdate 용액 : 일정량의 증류수가 든 1 L 용량플라스크에 (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> · 4H<sub>2</sub>O 49.4 g과 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 112 ml를 넣고 증류수로 눈금까지 채운다.
- 3.15 Alcoholic sulfuric acid 용액 : 950 ml의 methanol에 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50 ml를 더한다.

- 3.16 Toluene-isobutanol solvent : toluene과 isobutanol을 똑같은 부피비로 혼합한다.
- 3.17 Ferrous 용액 : 일정량의 증류수가 든 100 ml 용량플라스크에 ferrous ammonium sulfate 7.9g과 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 ml 넣고 증류수로 눈금까지 채운다.
- 3.18 Stannous chloride 용액 : 0.4g의 SnCl<sub>2</sub>를 50 ml 용량플라스크에 넣고 glycerol로 녹여 눈금까지 채운다.
- 3.19 Acidic permanganate 용액 : 일정량의 증류수가 든 1 L 용량플라스크에 KMnO<sub>4</sub> 0.316g과 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 ml를 넣고 잘 섞은 후 증류수로 눈금까지 채운다.
- 3.20 Mercuric cyanide 용액 : 100 ml 증류수에 2g의 Hg(CN)<sub>2</sub> 넣고 녹인다.

※ 주의 : 시료채취매체를 준비하거나 다룰 때 mercuric cyanide는 유독성 물질이므로 조심해서 다루어야 한다. 꼭 후드 내에서 작업이 이루어져야 한다.

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 1 - 16 L정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아 운반한다.

##### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 분리하여 50 ml 비이커에 넣는다.
- ② 각 비커에 10 ml의 acidic permanganate 용액을 넣고 65 - 70 °C의 수욕조에서 90분 동안 방치한다.
- ③ 비커 내 시료가 포함된 acid permanganate 용액을 10 ml 용량플라스크에 따르고 증류수로 부족한 부분을 눈금까지 채운다.
- ④ 비커에 남아있는 실리카겔을 3 ml 증류수로 두 번 정도 헹구어 이 용액을 따로 준비된 1 ml ferrous 용액이 든 10 ml 용량플라스크에 따르고 증류수로서 눈금까지 채운다.
- ⑤ 2개의 10ml 용량플라스크(추출액과 헹굼액) 내용물을 125 ml 용량의 분리용 깔때기 (funnel)에 함께 넣는다.
- ⑥ 이 funnel에 7.5 ml의 molybdate 용액과 25 ml의 toluene-isobutanol 용액을 첨가하여 1 분 동안 흔든다. 이 후 funnel내 용액이 수성(aqueous)과 비수성(nonaqueous)의 분리된 층이 생기도록 1분 정도 방치하여 둔다. 이때 밑부분의 수성층은 버리게 된다.



- ⑦ 피펫으로 비수성층의 용액을 10 ml 취하여 10 ml의 alcoholic sulfuric acid 용액이 든 25 ml 용량플라스크에 넣는다.
- ⑧ 실리카겔 뒤 층에 포함된 시료전처리 역시 위와 똑같은 방법으로 수행한다.

## (5) 분석과정

### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위의 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 125 ml 용량의 분리용 funnel에 10 ml acidic permanganate 용액과 1 ml ferrous 용액을 넣는다.
  - ㉡ 이 funnel에 농도범위가 0.1 - 10  $\mu\text{g}$   $\text{PH}_3$ 가 되게끔 하기 위해 standard phosphate 용액을 2 - 400  $\mu\text{l}$ 를 각각 첨가한다. 여기에 증류수 8 - 9 ml를 다시 첨가하여 총부피를 20 ml로 맞춘다. 이렇게 표준용액 6개와 phosphate가 들어있지 않은 공시료 1개를 준비한다.
  - ㉢ 이 후 위 전처리과정의 6), 7)의 과정과 같이 시행한다.
  - ㉣ 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ② 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거하고 앞 층에 마이크로실린지를 이용하여 standard phosphate 용액(20 - 400  $\mu\text{l}$  정도)을 직접 주입한다.
  - ㉡ 흡착튜브 마개를 막고 하룻밤 정도 방치한다
  - ㉢ 탈착(추출)시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉣ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.
 
$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$

### (나) 분석

- ① 분광광도계를 켜고 충분한 시간동안 워밍업 시킨다. 파장을 625 nm로 맞춘 후 증류수가 든 5-cm 셀(cell)을 이용하여 100% 투과도와 zero의 흡광도로 조건을 설정한다. 기기의 편차(drift)를 점검하기 위해 분석 전에 이와 같은 조건설정이 꼭 이루어져야 한다.
- ② Stannous chloride 용액 0.5 ml(25 방울)을 넣고 alcoholic sulfuric acid 용액으로 희석하여 충분히 혼합한다.
- ③ 시료용액을 5-cm 셀(cell)에 넣고 즉시 마개를 닫아 기기에 장착한다.
- ④ 각 시료의 흡광도 또는 투과도를 측정(기록)한다. 시료의 흡광도나 투과도를 측정하기 위해 시료를 셀에 넣고 측정하기까지 1분 이내의 빠른 시간동안 이루어져야 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6002. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**부록 : 시료채취제의 준비**

**1. 실리카겔의 코팅**

- 1.1 실리카겔(45/60 mesh) 100g을 90 °C에서 2시간 동안 건조시킨다.
- 1.2 2% (w/v) mercuric cyanide 용액을 준비한다. (2g의 Hg(CN)<sub>2</sub>을 100 ml 용량플라스크에 넣고 증류수로 녹여 눈금까지 채운다)
- 1.3 건조된 실리카겔을 mercuric cyanide 용액에 넣고 15분 정도 흔들면서 방치한다.
- 1.4 mercuric cyanide 용액을 배출시키고 남아있는 실리카겔을 다시 90 °C에서 3시간 동안 건조시킨다.
- 1.5 건조된 실리카겔을 덮개가 있는 비커에 넣고 실내온도에서 방치하여 식힌다.
- 1.6 실리카겔을 24시간 동안 80% 이상의 상대습도 하에 노출시킨다.

**2. 시료채취튜브 준비**

- 2.1 유리튜브(6-mm OD, 4-mmID, 12-cm long)의 한쪽 끝에 glass wool 마개를 넣은 후 튜브내로 코팅된 실리카겔 300 mg을 넣는다. 이 부분이 앞 층이 되며, 다시 glass wool 마개를 넣고 뒤 층 부분이 될 실리카겔 150 mg을 넣는다. 마지막으로 다시 glass wool 마개를 넣어 실리카겔이 쏟아지지 않게 한다.
- 2.2 튜브 안쪽을 0.2 L/min의 유량에서 수은주(기압계) 눈금이 2 인치 이하로 내려가게끔 감압시킨다.
- 2.3 유리튜브 양쪽 끝을 불을 이용하여 봉인한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-102
---------

## 하이드라진

1. 물질명 : 하이드라진(Hydrazine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	하이드라진
화학식	(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>
CAS No.	302-01-2
분자량	32.05
비중(25℃)	1.004
끓는점(℃)	113.5
증기압(mmHg, 25 ℃)	14.4

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.1(A2)	0.13(A2)	0.01(A3)	0.013(A3)	1	1.3
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 분광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 버블러 (15ml 0.1 M HCl)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 - 1.0 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 7 ℓ (at 1 ppm) 최대 - 100 ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : ≥6일 (at 25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 흡수액으로 채취하여 분광광도계로 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계(Visible Absorption Spectrophotometry)</p> <p>2. 회수율 : 98 - 103%</p> <p>3. 검량선 : 1 - 400 μg/시료</p> <p>5. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 9 - 400 μg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.031</p> <p>4. 검출한계 : 0.9 μg/시료</p> <p>5. 적용 : 0.07 - 3 ppm (100 L 공기채취시) 이 방법은 하이드라진 증기에 대해 평가된 것임.</p> <p>6. 방해작용 : Methylhydrazine이 방해물질로 작용한다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액이 든 버블러를 통과시켜 공기중의 하이드라진을 흡수시킨 다음 분광광도계를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (가) 채취기 : 미젯(midget) 버블러(bubbler), glass, 15 ml 0.1 M HCl
- (나) 유리튜브(glass tube) : 5-cm × 6-mm ID, 유리섬유(glass wool)로 충전되어 있음
- (다) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 - 1.0 ℓ/min의 펌프
- (라) 분광광도계, 480 nm 파장, 1-cm cuvettes
- (마) 바이얼 : 20 ml, PTFE-lined screw caps
- (바) 용량플라스크 : 25, 50, 100, 500 ml, 1 ℓ
- (사) 피펫 : 1, 2, 10, 15 ml
- (아) 마이크로실린지 : 10, 50 μℓ
- (자) pH 측정기 또는 pH 측정용지

### (3) 시약

- (가) 염산(Hydrochloric acid) : 0.1 M, 일정량의 증류수가 든 1 L 용량플라스크에 염산 8.6 ml를 첨가하고 다시 증류수로 눈금까지 채운다.
  - (나) 메탄올(Methanol) : 시약등급
  - (다) 표준원액(calibration stock solution) : 1.0 mg/ml, 100 ml 용량플라스크에 하이드라진(hydrazine) 0.10 ml를 첨가하여 메탄올로 눈금까지 채운다.
  - (라) p-dimethylaminobenzaldehyde 용액 : 0.168 M, 500 ml 용량플라스크에 p-dimethylaminobenzaldehyde 12.5g을 첨가한 후 메탄올로 녹여 눈금까지 채운다.
  - (마) Glacial acetic acid
  - (바) 수산화나트륨(sodium hydroxide) 용액 : 1.8 M, 100 ml 용량플라스크에 NaOH 7.2g을 넣고 증류수로 녹인 후 눈금까지 채운다.
- ※ 주의 : 하이드라진은 발암성, 유독성, 인화성 물질로 피부를 통해 흡수될 수 있다. 초산(acetic acid)과 메탄올 역시 인화성 물질로 이와 같은 물질의 취급은 환기가 잘 이루어지는 흡후드 내에서 장갑을 착용하여 이루어져야 한다.

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 버블러와 시료채취 펌프 사이 버블러내 흡수액의 역류로 인한 펌프손상을 방지하기 위해 유연성튜브 조각을 이용하여 유리로 된 튜브(유리섬유로 충전된 튜브)를 연결한다.
  - ② 각 시료채취 펌프를 보정한다(위와 같이 시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ③ 15 ml 흡수액(0.1 M HCl)을 버블러에 넣는다.

- ④ 0.2 - 1.0 ℓ/분에서 정확한 유량으로 7 - 100 ℓ 정도 시료를 채취한다.
- ⑤ 버블러내 시료가 포함된 흡수액을 유리 바이얼에 옮겨 담는다. 이때 버블러의 안쪽 유리관(공기주입구)과 버블러 내벽을 1 ml의 0.1 M HCl으로 헹구어 바이얼에 옮겨 담는다. 바이얼 마개로 견고히 밀봉한 후 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 시료가 담긴 용액을 50 ml 용량플라스크에 옮겨 담는다.
- ② 시료용액이 담겨져 있던 바이얼을 1 ml의 0.1 M HCl로 헹구어 플라스크에 옮겨 담는다.
- ③ 위 용액에 1.8 M NaOH 용액(약 1 ml)을 첨가하여 중성 또는 약 알칼리 용액으로 제조한다(pH 측정기 또는 pH 측정용지를 이용함).
- ④ 0.168 M p-dimethylaminobenzaldehyde 용액 10 ml를 즉시 첨가한 후, 잘 혼합되게끔 흔들어서 30분 정도 방치한다.
- ⑤ 위 용액들이 모두 든 50 ml 용량플라스크에 glacial acetic acid로 눈금까지 채운다.
- ⑥ 다시 4.2.5 용액에서 2 ml를 취하여 25 ml 용량플라스크에 넣고 glacial acetic acid로 눈금까지 채워 희석한다.
- ⑦ 현장 공시료 역시 위와 똑같은 방법으로 수행한다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 400 µg/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위의 6개의 표준용액으로 검량선을 작성한다.
- ㉠ 6개의 50 ml 용량플라스크 각각에 흡수액 15 ml를 넣은 후, 하이드라진 표준원액(calibration stock solution)을 일정량 첨가한다. 이 때 하나는 공시료로서 하이드라진을 첨가하지 아니한다.
- ㉡ 위 시료전처리 과정의 3) ~ 6) 과정과 같이 처리한다.
- ② 현장시료 및 공시료와 함께 분석한다.

#### (나) 분석

분광광도계 기기를 제조회사의 권고대로 작동시킨다. 480 nm 조건에서 검량선 작성용

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

표준용액 제조시 만든 공시료를 기준선(바탕선)으로 설정한다. 이 후 검량선 작성용 표준용액 및 시료용액을 차례로 셀(cell)안에 넣고 그때의 흡광도를 측정(기록)한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V}$$

C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

W : 시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

B : 공시료의 양 ( $\mu\text{g}$ )

V : 채취 공기량( $\ell$ )

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3503. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-103

## 디클로로플루오르메탄

1. 물질명 : 디클로로플루오르메탄(Dichlorofluoromethane)

2. 물리·화학적 특성

구 분	디클로로플루오르메탄
화학식	CHCl <sub>2</sub> F
CAS No.	75-43-4
분자량	102.92
비중(9 °C)	1.405
끓는점(°C)	8.9
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	40	10	42	1000	4200
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 8
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 활성탄관 2개 연결 (Front tube(400 mg)+ backup tube(200mg)) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.05 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 0.25 ℓ (at 1000 ppm) 최대- 3 ℓ  2. 운반 : 활성탄 관을 분리하여 운반  3. 시료의 안정성 : 25℃에서 최소 7일  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요  5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: ±13.3%	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC로 분리 후 FID로 검출 (2) 기기 : GC-FID  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 5 ml씩 넣고 30분간 방치 (2) 효율 :  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 6 - 34 mg/sample (2) 정 밀 도 : 0.024  5. 검출한계 : 0.05mg/sample

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 직렬로 연속하여 연결된 2개의 활성탄관을 통과 시켜 시료를 채취한 후 CS<sub>2</sub>로 탈착시켜 GC에 주입하여 FID로 검출 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 2개의 coconut shell charcoal(20/40 mesh, 600℃에서 활성화 된것) tube  
     (front tube(400 mg), backup tube(200 mg), eg. SKC. Cat. No. 226-25)
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) GC - FID
- (라) Column : 6 m x 3-mm stainless steel, 10% FFAP on 100/120 mesh Chromosorb

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

### WHP

- (마) 미량주사기 : 10  $\mu$ l
- (바) 가스타이트 주사기(gas-tight syringe): 10 ml, 100 $\mu$ l
- (사) 주사기: 22-gauge
- (아) 초자기구등

### (3) 시약

- (가) 이황화탄소 : 크로마토그래피용, 내부표준물질로 0.4%(v/v) pentane 사용
- (나) Dichlorofluoromrthane : 99%
- (다) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

#### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 두 개의 활성탄관을 400 mg, 200 mg 순으로 연결하고 이를 유연성 튜브를 이용하여 다시 펌프에 연결한다.
- ③ 0.01 - 0.05 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.(최대 3 l까지 시료채취 가능)
- ④ 시료채취가 끝나면 즉시 앞, 뒤 활성탄관을 분리한 후 마개로 막아 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 활성탄관의 활성탄을 분리하여 유리섬유는 버리고 흡착제만 주사기를 꽂을 수 있는 septum이 있는 마개가 있는 바이엘에 넣고 마개를 막는다.
- ② 주사기로 탈착용매인 이황화탄소 5 ml를 취해 septum을 통해서 주입한다.  
※ 시료손실을 방지하기 위해 바이엘 뚜껑을 연 상태에서 탈착용매를 주입해서는 안됨.
- ③ 주사기를 빼 낸 후 가끔 흔들어 주면서 30분동안 탈착시킨다.

### (5) 분석과정

#### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위(0.05~35mg/sample)에서 최소한 6 개의

표준물질로 검량선을 작성한다.

- ㉠ 각 바이엘에 5.0 ml의 탈착용매를 넣고 마개를 막는다.
- ㉡ Dichlorofluoromethane 첨가하기 직전 첨가하는 부피만큼 공기를 바이엘에서 빼낸다.
- ㉢ 가스타이트 주사기를 사용하여 Dichlorofluoromethane를 원하는 양만큼 취한다. 탈착용매 내로 서서히 주입시킨다(이때 버블링이 발생함).
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 가스타이트 시린지를 이용하여 원하는 농도의 부피만큼 취한 다음 정확히 흡착튜브에 주입한다.
- ㉡ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉢ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉣ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 125  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 220  $^{\circ}$ C  
칼럼 (Column) : 55  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 앞 활성탄관 시료에 존재하는 양 (μg)

W<sub>b</sub> : 뒤 활성탄관 시료에 존재하는 양 (μg)

B<sub>f</sub> : 앞 활성탄관 공시료에 존재하는 양 (μg)

B<sub>b</sub> : 뒤 활성탄관 공시료에 존재하는 양 (μg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2516. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-104
---------

## 에틸렌클로로하이드린

1. 물질명 : 에틸렌클로로하이드린(Ethylene chlorohydrin)

2. 물리·화학적 특성

구 분	에틸렌클로로하이드린
화학식	$\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
CAS No.	107-07-3
분자량	80.51
비중(25 °C)	1.201
끓는점(°C)	129
증기압(mmHg, 20 °C)	5

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	-	-	5	16
STEL/Ceiling(C)	C1	C3	C1(A4)	C3.3(A4)	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 03
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소 : 2 ℓ (at 5 ppm) 최대 : 35 ℓ 2. 운반 : 냉장운반  3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음 (냉장보관필요)  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요  5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: 0.311	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : 5%(v/v) 2- propanol이 함유된 CS <sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율 : 0.94(0.16~0.64mg/시료)  3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10 ℓ 채취시 )  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.03 - 1 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.052  5. 검출한계 : 3 μg/시료

### (1)원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 5%(v/v) 2- propanol이 함유된 CS<sub>2</sub>로 탈착 시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 2-mm ID, 10% FFAP on 80/100 mesh CHromosorb WHP

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

또는 이와 동등 이상의 칼럼

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

### (3) 시약

- (가) 탈착액 : 2%(v/v) 2-propanol을 포함한 CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석 등급이어야 함
- (나) 내부표준물질: 0.1%(v/v) n-pentadecane
- (다) Ethylene chlorohydrin: 시약등급
- (라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 2 - 35 l 정도 되도록 한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 냉장 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.
  - ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
  - ③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 25 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 170  $^{\circ}$ C  
 검출부(Detector) : 210  $^{\circ}$ C  
 칼럼 (Column) : 130  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2513. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-105
---------

## 메틸렌디(비스)페닐이소시아네이트

1. 물질명 : 4,4'-메틸렌디페닐이소시아네이트(4,4'-Methylene diphenylisocyanate, MDI)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸렌디(비스)페닐이소시아네이트
화학식	CH <sub>2</sub> (C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> NCO) <sub>2</sub>
CAS No.	101-68-8
분자량	250.3
비중(20 °C)	1.224
끓는점(°C)	313.9
증기압(mmHg, 20 °C)	0.00014

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.005	0.055	0.005	0.051	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	C0.02	C0.2

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법<sup>1)</sup>

- 작성일자 : 2003. 8
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제: reagent -coated filter (1-(2-pyridyl)piperazine-coated glass fiber filter)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량:  최소: 15 ℓ  최대: 240 ℓ (at 0.002 ppm)</p> <p>2. 운반 : 햇빛 및 공기로부터 차단하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 확인되지 않음  * 2)의 사용하지 않는 시료채취제는 냉장 보관해야 함.</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC 이용하여 분리한 후 UV 또는 형광 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 또는 형광 검출기가 부착 된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 방법 : 90/10(v/v) ACN/DMSO 2 ml 를 넣고 1시간 동안 방치</p> <p>(2) 효율: 96.3%</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.94 µg/ml ~ 3.76 µg/ml</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.013</p> <p>5. 검출한계 : 0.016 µg/sample</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 : Amimes, alcohols, carboxylic acids 등이 방해물질로 작용할수 있으며, 크로마토그래피의 분석조건을 약간씩 변경하면 방해물질의 영향을 최소화 할 수 있다.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과채취법으로 채취하여 90/10(v/v) ACN/DMSO 2 ml를 넣고 1시간 동안 방치하여 MDI를 탈착 시킨 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 실험실에서 직접 조제하거나 상업적으로 구입하여 사용할 수 있음.

- 37 mm-3단 카세트홀더(reagent -coated filter, (1-(2-pyridyl)piperazine - coated glass filter, eg. SKC Cat. No. 225-9002, 9013)
- 조제방법(reagent -coated filter): methylene chloride에 1-2PP를 첨가하여 2.0mg/ml 농도가 되게 한 후 이를 glass filter 표면 전체에 0.5 ml를 주입시켜 실온에서 완전 건조시키면서 methylene chloride 제거하면 reagent-coated filter가 된다.

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.0 l/min의 고유량 펌프
- (다) HPLC, detector : ultraviolet or fluorescence
- (라) Column : 25-cm x 4.6-mm ID stainless steel, packed with 10- $\mu$ m Alltech C<sub>8</sub>
- (마) 진공펌프
- (바) 바이얼 : 6 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (사) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (아) 용량플라스크 : 10 ml
- (자) 피펫

### (3) 시약

- (가) Methylene chloride, hexane, acetonitrile(acn), dimethylsulfoxide(dmsO) : HPLC 등급용
- (나) 증류수 : HPLC 등급용
- (다) MDI
- (라) Ammonium acetate : HPLC등급용
- (마) Glacial acetic acid
- (바) 1-(2-Pyridyl)piperazine : 1-2PP
- (사) 표준원액 제조(구매하여 사용할 수도 있음)
  - ① MDI 0.5g에 methylene chloride 가하여 녹인 후 부피가 25 ml가 되게 한다.
  - ② 1-2PP 0.7g에 methylene chloride 가하여 녹인 후 부피가 50 ml가 되게 한다.
  - ③ ② 용액을 저의면서 서서히 ①의 용액을 가하면서 생긴 우유색의 슬러리(milky white slurry) 를 약 1시간 동안 교반시킨다.
  - ④ 질소가스로 퍼징 시키면서 (3)의 methylene chloride 부피가 10 ml가 되게 한다.
  - ⑤ 슬러리가 포함된 (4) 용액에 헥산(hexane) 800ml을 조금씩 넣으면서 교반시키면서 용해시킨 후, 용해된 액체를 여과시킨다.
  - ⑥ 여과용액에 소량의 methylene chloride를 가해 다시 침전시킨다.
  - ⑦ 침전물을 다시 여과시킨 후 헥산으로 세척하고 진공건조 시킨다. : 약 1 g의 MDI 유도체를 얻을 수 있다.
  - ⑧ 디이소시아네이트 유도체의 적당량을 DMSO에 녹여 표준원액을 만든다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

MDI 무게=유도체(MDI urea)무게 x 0.4339

⑨ MDI의 표준용액은 ⑧에서 조제한 표준원액을 Acetonitrile 용매로 희석하여 만든다.

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 37-mm 카세트홀더를 유연성튜브를 이용하여 펌프에 연결한 후 Open face로 시료를 채취한다.
- ③ 1ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 카세트를 막아 공기 및 햇빛에 노출되지 않도록 한 후 운반하여 분석이 실시되기 전까지는 냉장보관 한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 카세트홀더에 들어 있는 필터를 6ml 바이엘에 넣는다 이때 필터가 접히거나 구겨지지 않도록 주의 한다.
- ② 각 바이엘에 4 ml의 추출액(90/10(v/v), ACN/DMSO)을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 힘차게 흔들어 준 후 1 시간정도 방치한다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이 때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ Methylene chloride에 MDI를 녹인 표준원액을 미량주사기를 이용하여 필터에 주입한다.
  - ㉡ 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉢ 추출시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉣ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.
 
$$\text{회수율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 10 - 25  $\mu$ l
  - ㉡ 검출기 : UV, 254nm 와 313 nm, 또는 Fluorescence, 240 nm(excitation), 370 nm(emission)
  - ㉢ 이동상 : 0.01 M ammonium acetate in 37.5/62.5(v/v) ACN/water adjusted to

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

pH 6.2 with acetic acid, 1 ml/min

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W : 필터에 존재하는 분석물질의 양 (μg)  
B : 공시료에 존재하는 분석물질의 양 (μg)  
V : 채취 공기량(ℓ)  
RE : 회수율

## (7) 기타분석방법

Impinger로 채취하여 HPLC(형광검출기 또는 전기화학검출기)로 분석하는 방법.<sup>2)</sup>

## 참고문헌

1. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 47. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5522. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-106

## 메틸아민, 에틸아민

1. 물질명 : Methylamine, Ethylamine

2. 물리·화학적 특성

구 분	메틸아민	에틸아민
화학식	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>
CAS No.	74-89-5	75-04-7
분자량	31.1	45.1
비중(20 ℃)	0.656	0.7
끓는점(℃)	-6.32	16.7
증기압(mmHg, 20 ℃)	-	896.8

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
메틸아민	TWA	10	12	5	6.4	10	12
	STEL/Ceiling(C)	-	-	15	19	-	-
에틸아민	TWA	10	18	5	9.2	10	18
	STEL/Ceiling(C)	-	-	15	27.6	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 7
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제: XAD-7 resin(80mg/40mg) coated 10% NBD chloride</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>    권고: 10 ℓ</p> <p>    과과: methylamine- 25.8mg/m<sup>3</sup>, 상대습도 80%에서 31.6 ℓ 시료 채취시 약 5%의 과과발생</p> <p>    ethylamine- 40.02mg/m<sup>3</sup>, 상대습도 80%에서 22.4 ℓ 시료 채취시 약 5%의 과과발생</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성</p> <p>    1) methylamine: 15일동안 냉장보관시 회수율은 97% 이상</p> <p>    2) ethylamine:15일 동안 냉장보관시 회수율은 86.6%~93.3%</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: 0.10(methylamine), 0.13(ethylamine)</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC 이용하여 분리한 후 UV 또는 형광검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 또는 형광검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 방법 : 5%(w/v) NBD chloride/THF, 2 ml와 2 mg sodium bicarbonate를 넣고 30분간 흔든 다음, 60℃ 중탕에서 2.5시간 동안 방치하여 탈착 시킨 후 실온으로 식혀 분석 실시</p> <p>(2) 효율: 94.3%(methylamine, 5~20ppm), 82.7% (ethylamine, 5~20 ppm)</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 5~20 ppm</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.009(methylamine), 0.004 (ethylamine)</p> <p>5. 검출한계 : 0.35μg/sample(methylamine), 0.29 μg/sample(ethylamine)</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 : 어떤 물질이 본 방법으로 시료 채취시 영향을 미치는지 알려져 있지 않음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 고체채취하여 탈착용매로 탈착시켜 일정량을 HPLC에 주

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

입하여 정량한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : XAD-7 resin coated 10% NBD chloride(eg. SKC Cat. No. 226-96)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (라) HPLC, detector : ultraviolet and Visible, or Fluorescent
- (마) Column : Waters Radial CN
- (바) 교반기(shaker)
- (사) 수욕조(water bath)
- (아) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (자) 용량플라스크 : 10 ml
- (차) 피펫
- (카) 테플론 재질로 라이닝 된 마개를 가진 바이얼: 3ml

## (3) 시약

- (가) Isopropanol, isooctane : HPLC 등급용
- (나) Tetrahydrofuran(THF) : HPLC 등급용
- (다) Sodium bicarbonate : 시약등급
- (라) Methylamine, Ethylamine : 시약등급
- (마) NBD chloride(7-chloro-4-nitrobenzo-2-oxa1,3-diazole) : 시약등급
- (바) 탈착용매 : THF 100ml에 NBD 5 g을 첨가하여 조제
- (사) 표준원액 제조
  - ① 원하는 농도의 표준원액은 methylamine(또는 ethylamine) 용액을 THF로 희석하여 조제한다.
  - ② 표준용액은 3.7.1에서 조제한 표준용액을 마이크로 시린지를 적당량 채취하여 2ml의 탈착용매가 들어 있는 바이얼에 넣어 원하는 농도를 만든 다음, 각 바이얼에 다시 25mg의 sodium bicarbonate를 넣어 마개를 막고 완전히 녹인 다음 이를 표준용액으로 사용한다.

## (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 10 l 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

## (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유 마개도 함께 넣는다.
- ② 각 바이엘에 2 ml의 탈착액과 25 mg의 sodium bicarbonate를 넣은 후 마개를 막고 교반기에서 30분 동안 교반시킨다.
- ③ 수욕조에서 60℃로 2.5시간 가열시킨 후 실온에서 냉각 시킨다.

## (5) 분석과정

## (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 표준원액을 이용하여 미량주사기를 이용하여 흡착튜브에 주입한다.
  - ㉡ 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉢ 추출시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉣ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

## (나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 15  $\mu$ l
  - ㉡ 검출기 : UV, 465nm, 또는 Fluorescence, 465 nm(excitation), 525nm(emission)
  - ㉢ 이동상 : Isooctane : Isopropanol, 80:20, 2 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W : 시료에 존재하는 양 (μg)
- B : 공시료에 존재하는 양 (μg)
- V : 채취 공기량(ℓ)
- DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다.

참고문헌

1. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 36. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 40. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-107
---------

## 금속가공유

### 1. 물질명 : 금속가공유(Metal working fluid)

### 2. 물리·화학적 특성

금속가공유의 종류에 따라 광물성오일(mineral oil), 유화제(emulsifier), 물(water), 각종 지방족 아민류(alkanoamines), 폴리에톡시에탄올류(polyethoxyethanols), 미생 물제거제(biocides), 계면활성제(surfactants), 압력첨가제(pressure additives), 붕소 화합물(boron compounds)등이 다양한 비율로 혼합된 물질이며, 따라서 비중, 끓는 점 등의 물리·화학적 특성은 금속가공유의 종류에 따라 달라짐.

### 3. 노출기준

- 금속가공유 전체에 대한 노출기준은 노동부, OSHA, 및 ACGIH에서는 미제정 되어 있으며, NIOSH만이 제정하여 권고하고 있음.
- NIOSH에서 권고하고 있는 노출기준은 총분진 시료채취방법으로 채취된 금속가공유 경우 0.5 mg/m<sup>3</sup>, 그리고 흡광성분진 시료채취방법으로 채취된 금속가공유 경우 0.4 mg/m<sup>3</sup>임.
- 금속가공유 종류중의 하나인 오일미스트(광물성)에 대한 노출기준은 아래와 같음.

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	5	-	5	-	5
STEL/Ceiling(C)	-	10	-	10	-	-

### 4. 분석방법 : 용매추출 중량분석법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 37-mm 2단 카세트+ 37-mm, tared 2-<math>\mu</math>m PTFE</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 2 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 1000 <math>\ell</math> (at 0.5 mg/m<sup>3</sup>)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 평가되지 못함.</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 냉장보관하여 2주 이내 분석실시</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트 당 최소 5개의 현장 공시료</p> <p>5. 벌크시료 : 추출용매의 용해성 시험을 위해 현장에서 사용중인 금속가공유를 채취 할 것.</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 용매 추출을 통한 중량분석법</p> <p>(2) 기기 : 전자저울(해독도 0.001mg)</p> <p>※ 노동부 노출기준(5 mg/m<sup>3</sup>) 농도를 평가하기 위해서는 해독도가 0.01mg의 전자저울도 사용가능.</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 용매 : Tetrahydrofuran 또는 Tetra- hydrofuran:toluene:methanol(1:1:1)</p> <p>(2) 효율: 100.2%~102.8%</p> <p>3. 전자저울 보정 : 주기적으로 검·교정 실시</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.25 mg/시료 - 1 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 1.2%~2.2%</p> <p>(3) 전체 정밀도 : 14.6%</p> <p>5. 검출한계 : 0.05 mg/시료</p> <p>6. 적 용 : 추출용매에 용해되는 모든 금속가공유(합성유, 수용성, 준합성, 합성)에 적용 가능함</p> <p>7. 방해작용 : 추출용매에 용해되는 금속가공유이외의 입자상 물질은 방해물질로 작용할 수 있음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 금속가공유를 여과채취 하여 추출용매로 추출한 후 필터의 시료채취 전·

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

후 무게 차이를 이용하여 정량하는 방법이다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 37-mm PTFE, 2  $\mu$ m pore size + 패드+ 2단 카세트(closed-face)
  - ※ closed face : 3단 카세트의 중간 조각을 제거하고 조립한 상태
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1.6 - 2  $\ell$ /min의 고유량 펌프
- (다) 전자저울 : 해독도, 0.001 mg
- (라) 정전기 제거제 :  $^{210}\text{Po}$ , 생산일로부터 9개월 마다 교체하여 사용할 것.
- (마) 추출깔대기(extraction funnel) : 여과표면적이 37 mm 필터에 적합한 것이어야 함  
(국내에서 제작 가능 또는 S.K.C. Cat No. 225-605)
- (바) 바이엘 : 20 ml, 금속가공유 용해성 시험용
- (사) 철망(메탈스크린) : 금속가공유를 추출하고 난 PTFE 필터를 건조시키기 위해 얹어 놓기 위한 것임.
- (아) 핀셋 : 정전기 방지를 위해 플라스틱 재질이나 크롬으로 도금된 철 재질이어야 함.
- (자) 각종 피펫, 용량플라스크 등
- (차) 중량분석실 환경조건: 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C(온도), 50 $\pm$ 5%(습도)

## (3) 시약

- (가) Tetrahydrofuran, Methanol, Toulene : 시약등급
- (나) Calcium sulfate : 수분제거제로 사용
- (다) 추출용매 : 금속가공유 종류에 따라 Tetrahydrofuran 단독으로 사용하거나 또는 Tetrahydrofuran, Methanol, 그리고 Touene을 부피 비로 1:1:1로 혼합하여 사용할 수 있음.

## (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취 전 필터준비 과정
  - ① 시료채취용 필터와 현장 공시료 용 필터를 아래 2)의 절차에 따라 무게를 잰다.
  - ② 무게를 재는 과정
    - ㉠ 전자저울이 설치된 중량실에 채고자 하는 필터를 최소한 1시간 정도 방치하여 중량실의 온·습도 조건에 필터의 온·습도 조건을 평형화시킨다.
    - ㉡ 무게를 재기 전에 저울을 0점 조정한다.

- ㉔ 핀셋이나 필터가 정전기를 나타낼 때에는 정전기 제거제 위를 반복 통과시켜 정전기를 제거한 후 무게를 재야한다.
- ※ 마이크로 전자저울 사용에 있어 가장 큰 영향을 미치는 것 중의 하나는 필터와 저울간의 정전기에서 오는 저울의 안정화 문제이다. 이 정전기가 클 경우 필터의 무게가 계속 변하기 때문에 중량분석에 많은 문제가 발생하게 된다. 이 정전기에 크게 기여하는 것이 습도조건으로, 무게를 재기 위해 필터의 습도와 저울이 설치된 중량실의 습도조건을 일치시키는 것이 중요하며, 만약 정전기 제거제가 없을 경우 필터를 올려놓을 중량팬 위에 정전기를 떨지 않은 재질의 물체를 올려놓고 그 위에다 필터를 위치시켜 중량을 재는 것도 정전기에 의한 저울의 안정화 방해할 수 있는 방법이 된다.
- ㉕ 필터가 일정한 무게를 나타낼 때까지 반복하여 시료채취용 필터(W1) 및 공시료 필터(B1) 무게를 잰다(연속하여 잰 필터의 무게 차이가  $10\mu\text{g}$  이내여야 하며 이를 평균하여 무게로 사용한다.)
- ③ 2단 카세트에 패드와 함께 PTFE 필터를 장착시키고 카세트의 양쪽 구멍을 마개로 막고 카세트 연결부위는 시료채취 시 누설되지 않도록 셀룰로즈 밴드 등으로 밴딩 처리를 한다.

## (나) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취시 채취되는 입자상 물질의 무게가 약 2 mg을 초과하지 않도록 시료채취 시간을 조정하여 시료를 채취하도록 한다.
- ※ 작업환경중의 금속가공유 농도가  $0.5 \text{ mg/m}^3$ 일 경우 최소한 1000ℓ 시료채취가 필요함
- ③ 현장에서 사용중의 금속가공유에 대한 추출용매의 용해성 시험을 위해 현장에서 사용 중인 금속가공유 벌크시료를 10 ml 정도 채취하여 PTFE 마개가 달린 유리재질의 용기에 담는다.
- ④ 동일 현장에 채취되는 시료 세트당 최소 5개의 현장 공시료를 분석실에 제출하여야 한다.
- ※ 현장 공시료 경우 시료채취를 하지 않는다는 점을 제외하고는 현장 시료와 모든 면에서 동일하게 취급해야 한다. 즉 현장 공시료 용 시료채취기의 경우 펌프를 연결하지 않은 상태에서 카세트의 마개를 열고 현장 시료채취시간과 동일하게 현장의 오염되지 않은 지역에 보관한 다음 현장 시료채취가 종료되는 시점에 시료채취기 마개를 막고 현장시료와 동일하게 운반하도록 하여야 한다.
- ⑤ 시료는 냉장보관 시료채취 후 2주 이내에 분석하여야 한다.



**(5) 분석과정****(가) 시료 전처리**

① 벌크시료로 채취한 금속가공유의 용해성 시험

㉠ 벌크시료 병을 세차게 흔들어 채취한 벌크시료가 완전히 혼합되도록 한다.

㉡ Tetrahydrofuran, Methanol, 그리고 Toluene을 부피 비로 1:1:1로 혼합한 용액 10 ml를 PTFE 마개가 달린 시험관에 넣는다.

㉢ 금속가공유 벌크시료를 50  $\mu$ l를 취해 ㉡의 시험관에 넣은 후 마개를 막고 세차게 흔든다. 침전물 생기지 않아야 하며, 층 분리가 일어나지 않고 용액이 맑으면 (clear) 해당 금속가공유는 추출용매에 완전히 녹은 것으로 판단할 수 있다.

※ Tetrahydrofuran 만으로 채취한 벌크시료를 완전히 용해시킬 수 있다면 추출용매를 Tetrahydrofuran 단독으로만 사용할 수도 있다.

㉣ 필터의 카세트(공시료 포함) 외벽에 붙어있는 먼지를 물에 젖은 티슈로 잘 닦은 다음 티슈는 버린다.

㉤ 카세트 마개를 열고 카세트를 calcium sulfate가 들어 있는 데시케이터 안에 넣어 둔다. 데시케이터 안에 보관하는 시간은 2시간을 초과하지 않도록 해야 한다.

㉥ 데시케이터 안에서 카세트를 꺼낸 다음 저울이 설치된 중량분석실에 최소한 1시간 이상 놓아둔다.

㉦ 카세트를 열어 필터를 조심스럽게 꺼낸 다음 무게를 잰다.

㉧ 가. 2)의 과정에 따라 각 시료필터 무게(W2) 및 공시료 무게(B2)를 잰 후 기록한다.

※ 필터의 상태 즉 과채취, 누설발생, 찢어짐 등 분석결과 해석에 도움이 될 만한 사항이 있으면 모두 기록한다.

**(나) 교정 및 정도관리**

① 무게를 달기 전에 전자저울은 반드시 0점을 맞추어야 하며, 시료채취 전, 시료채취 후, 그리고 시료추출 후에 사용되는 모든 전자저울은 동일한 것이어야 한다.

② 전자저울은 주기적으로 검·교정을 실시한 후 사용하여야 한다.

**(다) 추출과정**

① 아래과정을 거쳐 금속가공유를 필터로부터 추출해 내야하며, 추출과정 및 필터 건조 과정은 흡 후드 내에서 실시하도록 한다.

㉠ 필터를 추출용 깔대기의 필터 장착부위 위에 조심스럽게 위치시키고 추출용 깔대기를 조립한다.

㉡ 추출용매 10 ml를 붓는다. 이 때 추출용 깔대기에 진공을 가해서는 안되며 반드시

중력에 의해 여과되도록 해야 한다. 여과시간은 5분에서 10분 정도 소요되나, 채취된 입자상 물질의 양 및 금속가공유 종류에 따라 추출 시간은 달라 질 수 있다.

- ㉔ 다시 추출용매 10ml 가하여 (2)와 동일한 방법으로 여과시킨다.
- ㉕ 추출용매 1-2ml로 조심스럽게 깔대기 내부 벽에 붙어 있는 입자상 물질을 씻어 내 필터위로 옮겨지도록 한다.
- ㉖ 추출깔대기에 진공을 약하게 걸어 필터에 묻어 있는 추출용매를 제거한다.
  - ※ 필터에 묻어 있는 솔벤트를 완전히 제거할 필요가 없기 때문에 진공을 약하게 그리고 짧은 시간(10초 이내) 동안만 가해야 한다.
- ㉗ 추출깔대기로부터 필터를 조심스럽게 들어 내 철망 위에 올려놓고 건조시킨다.
  - ※ 진공이 걸린 상태에서는 절대로 필터를 추출 깔대기로부터 꺼내서는 안되며, 필터의 건조시간은 최소 2시간 이상이 되도록 하여야 한다.

- ② 5.1.1 (2)의 과정에 따라 금속가공유 추출 후의 시료필터 무게(W3) 및 공시료 무게(B3)를 잰 후 기록한다.

※ 필터의 무게 변화에 영향을 미치는 상황 발생시, 즉 필터의 찢어짐 등 분석결과 해석에 도움이 될 만한 상황이 있으면 모두 기록한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 농도를 구한다.

(가) 총 입자상 물질 농도

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W2 - W1) - (B2 - B1) \cdot 1000}{V}$$

W1 : 시료채취 전의 필터 무게(mg)

W2 : 시료채취 후의 필터 무게(mg)

B1 : 시료채취 전의 공시료 들의 평균 무게

B2 : 시료채취 후의 공시료 들의 평균 무게

V : 시료채취 총량(ℓ)

(나) 금속 가공유 농도

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W2 - W3) - (B2 - B3) \cdot 1000}{V}$$

W2 : 시료채취 후의 필터 무게(mg)

W3 : 금속가공유 추출 후의 필터 무게(mg)

B2 : 시료채취 후의 공시료 들의 평균 무게

B3 : 금속가공유 추출 후의 공시료 들의 평균 무게

V : 시료채취 총량( $\ell$ )

## 참고문헌

정지연, 박승현: 작업환경 측정·분석방법 연구(금속가공유). 산업안전보건연구원, 2003.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-108

## 질소산화물

1. 물질명 : 일산화질소(Nitric oxide, Nitrogen monoxide), 이산화질소(Nitrogen dioxide)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	일산화질소	이산화질소
화학식	NO	NO <sub>2</sub>
CAS No.	10102-43-9	10102-44-0
분자량	30.01	46.01
비중(25℃)	-	-
끓는점(℃)	-151.7	21
증기밀도(공기=1)	1.0	2.83

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
일산화질소	TWA	25	30	25	31	25	30
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
이산화질소	TWA	3	6	3(A4)	5.6(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	5	10	5(A4)	9.4(A4)	C5	C9

4. 분석방법 : 자외선-가시광선 분광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 9
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (oxidizer+2 triethanolamine-treated molecular sieve)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : NO : 0.025 ℓ/min, NO<sub>2</sub> : 0.025-0.2 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 1.5 ℓ 최대 - 6ℓ</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 최소 1주일(25℃)</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트당 3 -6개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : nitrite ion(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)과 발색제의 발색반응을 유도시켜 흡광도 측정</p> <p>(2) 기기 : UV-VIS 검출기가 부착된 분광광도계</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 흡수액 첨가등에 의한 단계적 발색반응 유도</p> <p>(2) 효율:</p> <p>3. 범 위 : 3 - 18 μg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/시료</p> <p>4. 정 도 : 평가범위 : 11-48ppm(NO), 2-12ppm(NO<sub>2</sub>) 전체정밀도: 0.083(NO), 0.063(NO<sub>2</sub>)</p> <p>5. 검출한계 : 1 μg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/시료</p> <p>6. 적용 : 일산화질소 경우 측정 가능한 공기 중 농도는 1.5ℓ 정도 공기채취 1-50 ppm이고, 이산화질소의 경우는 3ℓ 정도 공기채취시 0.5-25 ppm임.</p> <p>7. 방해작용 : 발색반응에 영향을 미치는 화합물은 간섭물질로 작용할 수 있음.</p>

(1) 원리

triethanolamine(TEA)이 처리된 흡착튜브, 산화제(chromate) 튜브, 그리고 다시 TEA가

처리된 흡착튜브 3개를 직렬로 연결하여 공기중 질소산화물을 채취하게 되는데, 첫 번째 튜브에서 질소산화물 중 이산화질소가 흡착되고 첫 번째 튜브를 통과한 일산화질소는 산화제 튜브에 의해 이산화질소로 전환된 후 세 번째 튜브에서 흡착되게 된다. 이렇게 하여 채취된 질소산화물을 일산화질소 및 이산화질소로 각각 구분하여 발색시약에 의한 발색 전처리를 실시하여 분광광도계를 이용하여 정량 한다.

## (2) 기구

(가) 시료채취기 : Tube A - Tube B - Tube C 순으로 연결하여 사용

- Tube A: 400 mg TEA coated molecular sieve(type 13x, 30-40 mesh)
- Tube B: 800 mg oxidizer(chromate) : NO를 NO<sub>2</sub>로 산화시키는 작용
- Tube C: Tube A 와 동일
- 튜브 A, B, C를 타이곤 튜브로 연결하고 튜브 C 가 펌프쪽에 위치하도록 설치, 튜브는 구매가능함(S.K.C-226-40 또는 동등한 성능의 제품)

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.025 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프

(다) 흡광광도계 : 540 nm, 1 cm silica cuvettes

(라) 비이커: 100 ml

(마) 용량플라스크: 50 ml, 그 외 편리한 용량의 용량플라스크

(바) 피펫

(사) 초시계

## (3) 시약

(가) 트리에탄올아민(Triethanolamine, TEA), 시약등급

(나) 노말-부탄올(n-Butanol), 시약 등급

(다) 인산(Phosphoric acid, conc), 시약등급 : 피부, 점막에 부식성이 있으므로 후드내에서 취급해야 함.

(라) Sodium nitrite(NaNO<sub>2</sub>)

(마) 흡수액: TEA 15.0g을 증류수 약 500 ml에 넣고 녹인 후 노말-부탄올 0.5ml를 첨가시켜 만든 용액에 다시 증류수를 넣어 1ℓ가 되게 한다.

(바) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 용액, 0.02%(v/v): 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 시약 0.2ml에 증류수를 첨가하여 250ml가 되게 한다.

(사) Sulfanilamide 용액: 증류수 400ml에 Sulfanilamide 10 g을 녹인 후 다.의 인산 25ml를 첨가시킨 후 다시 증류수를 넣어 500ml가 되게 한다.

(아) NEDA 용액: 증류수 500ml에 N-(1-naphtyl)ethylenediamine dihydrochloride 0.5 g을 넣어 용해시켜 만든다.

(자) 표준원액,  $100 \text{ NO}_2^- \mu\text{g/ml}$ :  $\text{NaNO}_2$  0.1500g을 정확히 달아 증류수 1ℓ에 넣어 녹여 만든다.

#### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 튜브 A, B, C를 연결하고 이를 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.  
※ 이산화질소는 튜브 A에, 일산화질소는 튜브 B의 산화제에 의해 이산화질소로 전환된 다음 튜브 C에(펌프쪽 튜브)에 채취된다.
- ③  $0.025 \text{ l/분} (\pm 5\%)$ 의 정확한 유량으로 시료를 채취한다.  
※ 일산화질소를 평가할 필요가 없는 경우  $0.2 \text{ l/분}$ 까지 시료채취 가능함
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다. 적당한 수의 현장 공시료를 함께 만든다.

(나) 시료의 전처리

- ① 튜브 A와 B의 흡착제를 50 ml 용량플라스크에 옮긴다. 이때 튜브의 유리섬유 마개 및 산화제 튜브는 버린다.
- ② 흡수액을 넣어 50 ml가 되게 한다.
- ③ 용량플라스크 마개를 막고, 30초간 격렬하게 흔든 다음 고체흡착제가 가라앉게 가만히 나둔다.
- ④ 10 ml를 취해 다시 새로운 50ml용량플라스크로 옮긴다.
- ⑤  $\text{H}_2\text{O}_2$  용액 1.0 ml, sulfanilamide 용액 10.0 ml, 그리고 NEDA 용액 1.4 ml 첨가한다. 각 용액은 첨가마다 완전혼합을 위해 잘 흔들어주어야 한다.
- ⑥ 발색반응 유도를 위해 약 10분 정도 방치해 둔다.

#### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료 10 ml 당  $1 \sim 18 \mu\text{g}$ 의  $\text{NO}_2^-$ 가 포함될 수 있도록 하여 최소한 6개의 표준 용액을 제조하여 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.

(나) 분석

흡광광도계를 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시켜 최적화시킨 다음 540 nm에서 흡광도를 측정하여 분석한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

(가) 이산화질소 농도

$$C_{NO_2} = \frac{(Wa - Ba)}{0.63V}, \text{mg/m}^3$$

- Wa: 튜브 A에서 검출된 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>의 양(μg)
- Ba: 공시료 튜브 A에서 검출된 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>의 양(μg)
- V: 시료채취량(ℓ)
- 0.63: NO<sub>2</sub> 농도(mg/m<sup>3</sup>)로 전환시키기 위한 계수

(나) 일산화질소 농도

$$C_{NO} = \frac{(Wc - Bc) \times 0.652}{0.63V}, \text{mg/m}^3$$

- Wc: 튜브 C에서 검출된 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>의 양(μg)
- Bc: 공시료 튜브 C에서 검출된 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>의 양(μg)
- 0.652: NO 분자량/NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 분자량
- V: 시료채취량(ℓ)
- 0.63: NO<sub>2</sub> 농도(mg/m<sup>3</sup>)로 전환시키기 위한 계수

참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6014. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002).



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-109

## 스토다드솔벤트

1. 물질명 : 스토다드솔벤트(stoddard solvent)

2. 물리·화학적 특성

구 분	스토다드 솔벤트
구성화학물질의 탄소 수	C7 ~ C12
우세화학물질 탄소 수	C9 ~ C11 또는 >C10: 65%
CAS No.	8052-41-3
분자량	141 정도
비중(25℃)	0.75~0.80
끓는점(℃)	152~210
인화점(℃)	39~60

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	100	525	100	525	500	2900
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 7
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소 : 1.3 ℓ (at 400 mg/m <sup>3</sup> ), 0.2 ℓ (at 2500 mg/m <sup>3</sup> ) 최대 : 20 ℓ (at 400 mg/m <sup>3</sup> ), 3.2 ℓ (at 2500 mg/m <sup>3</sup> )  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 최소한 1주일 (at 25 °C)  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요  5. 벌크시료: 현장에서 사용중인 스토다드 솔벤트 원액물질 5~10 ml	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율 : 0.88 - 0.96  3. 검량선 : 노출기준의 0.1 - 2배 농도 (10ℓ 채취시 )  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.5 - 10 mg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.01 (3) 전체 정밀도 : 0.05  5. 검출한계 : 0.1 mg/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector: FID
- (라) Column : Glass, 3 m x 6-mm, 10% SP-2100 on Supelcoport 80/100 mesh 또는 fused

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

silica capillary, 0.325-mm ID, 1.0- $\mu$ m DB-1 또는 이와 동등 이상의 칼럼

(마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps

(바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l

(사) 용량플라스크 : 10 ml

(아) 피펫

### (3) 시약

(가) 탈착액 : CS<sub>2</sub> , 이황화탄소는 크로마토그래피 분석등급이어야 하며 적절한 내부 표준 물질을 포함하고 있어야 한다.

(나) 내부표준물질: 0.1%(v/v) octane, 0.5%(v/v) hexadecane 또는 분석하고자 하는 물질 종류에 따라 적절한 것 사용

(다) 스토다드 벌크용액

(라) 질소(N<sub>2</sub>) 또는 헬륨(He) 가스

(마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스

(바) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

① 각 시료채취 펌프를 보정한다.(시료채취시와 동일한 연결상태에서)

② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.

③ 0.01 - 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 각 시료당 0.5 - 0.8 mg의 납사가 채취 되도록 한다.

④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반하며, 벌크시료의 경우 5 - 10 ml를 취하여 시료운반 상자와 분리된 용기에 담아 운반한다.

(나) 시료의 전처리

① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄폼 마개는 버린다.

② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액인 이황화탄소를 넣고 즉시 마개를 한다.

③ 가끔 흔들면서 30분간 이상 방치한다.

### (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 벌크시료를 이용하여 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다. (한 시료당 0.1 - 10 mg의 스토다드 솔벤트가 포함되도록 한다)
- \* 스토다드 솔벤트 일정량을 10 ml 용량플라스크에 넣고 탈착용액으로 희석하여 표준용액을 조제하되, 가능한 시료농도 범위와 유사한 범위로 조제하여야 하며, 해당 표준물질의 반응 값, 즉 면적 값은 분석결과 얻은 크로마토그램 자료 중 탈착용매 및 내부 표준물질로 사용된 물질의 크로마토그램 면적을 제외한 모든 물질의 면적을 합산하여 사용한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
- ㉠ 주입량 : 0.1 - 1  $\mu\text{l}$ (capillary column)
- ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 1.3 ml/min
- ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}\text{C}$
- ㉣ 검출부(Detector) : 250  $^{\circ}\text{C}$
- 칼 럼(Column) : 110  $^{\circ}\text{C}$

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique 과

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1550. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. 정지연, 이나루 등:세탁업 유해요인 노출평가 및 작업환경관리 방안, 산업안전보건연구원(2002)
3. 백남원, 박동욱, 윤충식 : 作業環境測定 및 評價, 신광출판사, 서울(2002)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-110
---------

## 아크릴산

1. 물질명 : 아크릴산(acrylic acid)

2. 물리·화학적 특성

구 분	아크릴산
화학식	H <sub>2</sub> C=CHCOOH
CAS No.	79-10-7
분자량	72.06
비중(20 °C)	1.05
끓는점(°C)	141
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	10	30	2(A4)	5.9(A4)	-	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제: XAD-8 흡착튜브 2개를 직렬로 연결</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.1 ℓ/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 : 24 ℓ</p> <p>2. 운반 : 햇빛 및 공기로부터 차단하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 냉장보관시 2주정도는 시료손실의 거의 발생하지 않음.</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : HPLC 이용하여 분리한 후 UV 검출기로 검출</p> <p>(2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC</p> <p>2. 추출</p> <p>(1) 방법 : methanol:water(1:1)로 탈착</p> <p>(2) 효율 : 102%(81.8<math>\mu</math>g/sample~327<math>\mu</math>g/sample)</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 20.15 <math>\mu</math>g/ml ~ 80.61 <math>\mu</math>g/ml</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.0085</p> <p>5. 검출한계 : 1 <math>\mu</math>g/sample</p> <p>6. 적용 :</p> <p>7. 방해작용 :</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 고체채취방법으로 채취하여 methanol:water(1:1)로 만든 탈착용매로 탈착 시킨 후 일정량을 HPLC에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : XAD-8 흡착튜브 2개를 직렬 연결 또는 Anasorb 708(100mg) 2개를

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

직렬연결(S.K.C Cat No. 226-30-08)

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.1 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) HPLC, detector : ultraviolet
- (라) Column : 25-cm x 4.6-mm ID stainless steel, packed with Zorbax 8-Fm ODS-bound, spherical, silica particles
- (마) 용량플라스틱 : 5 ml
- (바) 유리재질 주사기 : 10 ml

**(3) 시약**

- (가) Methanol, acetonitrile : HPLC 등급용
- (나) 증류수 : HPLC 등급용
- (다) Acrylic acid : 냉장보관하여야 함.
- (라) 표준원액 제조
  - ① 용량 플라스크에 Acrylic acid 적당량을 넣고 무게를 단 후 methanol:water(1:1)용매를 가해 1mg/ml가 되게 한다.
  - ② 표준용액은 3.4.1에서 조제한 표준원액을 methanol:water(1:1) 용매로 희석하여 0.1~100µg/ml 범위의 표준용액을 조제한다.

**(4) 채취 및 처리**

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② XAD-8 튜브 2개를 유연성 튜브를 이용하여 직렬로 연결한 후 다시 유연성튜브를 이용하여 펌프에 연결하여 시료를 채취한다.
  - ③ 0.1 ℓ/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 각 XAD-8 튜브의 양 끝단을 막개로 막고, 햇빛에 노출되지 않도록 알루미늄 호일 등으로 감싼 후 운반하여 분석이 실시되기 전까지는 냉장보관한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 시료채취방향과 반대방향의 흡착튜브 끝단에 바늘을 제거한 주사기 주입구를 결합시킨다.
  - ② 주사기에 methanol:water(1:1)용매를 넣은 후, 1ml/분을 초과하지 않을 정도의 유량



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

속도로 서서히 용매를 주입하면서 탈착을 시킨다. 이때 탈착되는 용매는 5ml용량플라스크에 담아 정확히 5ml가 되게 한다.

- ③ 완전 탈착이 되었는지 확인하기 위해 2)와 동일한 방법으로 한 번 탈착시킨 튜브를 다시 탈착한 탈착용매 5ml를 추가로 하나 더 만든다.

**(5) 분석과정**

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 5개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이 때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 표준원액을 미량주사기를 이용하여 흡착튜브에 주입한다.
- ㉡ 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉢ 추출시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉣ 다음 식에 의해 회수율을 구한다.

$$\text{탈착효율(RE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

HPLC 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 25  $\mu$ l
  - ㉡ 검출기 : UV, 210nm
  - ㉢ 이동상 : 96:4(v/v) water/acetonitrile containing 0.1% by volume phosphoric acid, 1 ml/min
- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)  
W : 흡착튜브에 존재하는 분석물질의 양 (μg)  
B : 공시료에 존재하는 분석물질의 양 (μg)  
V : 채취 공기량(ℓ)  
DE : 탈착효율

\* 주의: 만일  $W_b > W_f/10$  이면 시료과과가 일어난 것이므로 이자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 28. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-111
---------

## 호흡성분진

### 1. 적용대상 물질

(가) 운모(Mica)

(나) 솜스톤(Soap stone): 총분진 및 호흡성 분진 노출기준 중 호흡성분진 노출기준 평가시

(다) 활석(Talc)

(라) 흑연(Graphite, Natural)

### 2. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
운모	TWA	-	-	-	3	-	20 <sup>†</sup>
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
솜스톤	TWA	-	3	-	3	-	20 <sup>†</sup>
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
활석(석면비함유)	TWA	-	2	-	2(A4)	-	20 <sup>†</sup>
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
흑연(천연)	TWA	-	2.5	-	2	-	15 <sup>†</sup>
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

† : 단위는 mppcf(million particles per cubic feet) 임.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

3. 분석방법 : 중량분석법

- 작성일자 : 2003. 11
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : Cyclone+filter (10-mm nylon cyclone, Higgins-Dewell [HD]cyclone, or Aluminum[Al] cyclone + tared 5<math>\mu</math>m PVC 필터)</p> <p>(3) 시료채취 유량 nylon cyclone: 1.7 <math>\ell</math>/min HD cyclone: 2.2 <math>\ell</math>/min Al cyclone: 2.5 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 : 최소 - 20 <math>\ell</math> at 5mg/m<sup>3</sup> 최대 - 400 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. 시료채취 및 분석방법의 정확도:</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 중량분석으로 무게 산출</p> <p>(2) 기기 : 전자저울(해독도: 0.001mg) ※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.</p> <p>2. 전자저울</p> <p>(1) 사용 : 시료채취 전·후에 사용되는 저울은 반드시 동일한 저울을 사용해야함.</p> <p>(2) 보정: 주기적으로 검·교정 실시</p> <p>3. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.1 - 2 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : &lt; 10<math>\mu</math>g(해독도:0.001mg), &lt; 70<math>\mu</math>g(해독도: 0.01mg)</p> <p>4. 검출한계 : 0.03 mg/시료</p> <p>5. 적용:</p> <p>6. 방해작용: 수분, 휘발성 유기화합물을 제거하지 않으면 과대 평가될 수 있음</p>

(1) 원리

Cyclone을 이용하여 작업환경 공기중의 호흡성 분진을 채취한 다음 전자저울을 이용하여 중량분석을 실시한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 시료채취기
  - 필터: 5.0 $\mu$ m의 공극을 가진 PVC필터 또는 동등한 성능을 가지는 비 흡습성 필터, 37-mm 3단 카세트 및 필터패드
  - Cyclone: 10-mm nylon(Mine Safety Appliance Co.) Higgins-Dewell(BGI Inc.), Aluminum cyclone(SKC Inc.)
- (나) 개인시료 채취용 펌프
  - nylon cyclone과 함께 쓰는 펌프 : 1.7 l/min $\pm$ 5%
  - HD cyclone과 함께 쓰는 펌프 : 2.2 l/min $\pm$ 5%
  - Aluminum cyclone과 함께 쓰는 펌프 : 2.5 l/min $\pm$ 5%
- (다) 전자저울: 해독도, 0.001 mg
  - ※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.
- (라) 정전기 제거제 : <sup>210</sup>Po, 생산일로부터 9개마다 교체하여 사용할 것.
- (마) 핀셋 : 가급적이면 나일론 재질을 사용할 것.
- (바) 중량분석실 환경조건: 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C(온도), 50 $\pm$ 5%(습도)

(3) 채취 및 처리

- (가) 시료채취 전 필터준비 과정
  - ① 시료채취용 필터와 현장 공시료 용 필터를 아래 2)의 절차에 따라 무게를 잰다.
  - ② 무게를 재는 과정
    - ㉠ 데시케이터에 보관된 필터를 꺼내 전자저울이 설치된 중량실에 재고자 하는 필터를 최소한 2시간 정도 방치하여 중량실의 온·습도 조건에 필터의 온·습도 조건을 평형화시킨다.
    - ㉡ 무게를 재기 전에 저울을 0점 조정한다.
    - ㉢ 핀셋이나 필터가 정전기를 나타낼 때에는 정전기 제거제 위를 반복 통과시켜 정전기를 제거한 후 무게를 재야 한다.
    - ㉣ 필터가 일정한 무게를 나타낼 때까지 반복하여 시료채취용 필터무게(W1) 및 공시료 필터 무게(B1)를 잰다(연속하여 잰 필터의 무게 차이가 10 $\mu$ g 이내여야 하며 이를 평균하여 무게로 사용한다.)
  - ③ 3단 카세트에 패드와 함께 PVC 필터를 장착시키고 카세트의 양쪽 구멍을 마개로 막고 카세트 연결부위는 시료채취 시 누설되지 않도록 셀룰로즈 밴드 등으로 밴딩

처리를 한다.

#### (나) 시료채취

- ① 필터가 장착된 3단 카세트를 cyclone에 장착시킨 후 유연성 튜브를 이용하여 시료 채취용 펌프와 연결시킨다(시료채취시와 동일한 연결 상태). 시료채취기 부분을 유량보정용 병(calibration bottle)에 넣은 후 사용하는 cyclone의 종류에 맞는 유량으로 정확히 펌프보정을 실시한다.
- ② 45분에서 8시간 동안 시료를 채취한다. 시료채취 시 채취되는 입자상 물질의 무게가 약 2 mg을 초과하지 않도록 시료채취 시간을 조정하여 시료를 채취하도록 한다.
- ③ 동일 현장에 채취되는 시료 세트당 최소 5개의 현장 공시료를 분석실에 제출하여야 한다.

※ 현장 공시료의 경우 시료채취를 하지 않는다는 점을 제외하고는 현장 시료와 모든 면에서 동일하게 취급해야 한다. 즉 현장 공시료 용 시료채취기의 경우 펌프를 연결하지 않은 상태에서 카세트의 마개를 열고 현장 시료채취시간과 동일하게 현장의 오염되지 않은 지역에 보관한 다음 현장 시료채취가 종료되는 시점에 시료채취기 마개를 막고 현장시료와 동일하게 운반하도록 하여야 한다.

- ④ 채취된 시료(공시료 포함)는 카세트의 마개를 제거하고, 중량분석 전에 데시케이터 안에서 하룻밤 방치시켜 수분 등을 제거하도록 한다.
- ⑤ 자체정도관리: 전자저울은 국가공인 검·교정기관으로부터 주기적으로 검·교정을 받거나, 또는 표준분동을 구입하여 자체적으로 검·교정을 실시하여야 하며, 현장 시료 세트당 2~4개 정도의 반복시료를 채취하여 현장시료와 동일한 분석과정을 거쳐 중량분석을 실시한 다음, 측정값들의 차이 즉 상대표준편차를 계산하여 시료채취 및 분석과정의 정확도 등을 검증해야 한다.

※ 반복시료: 현장시료 채취시 동일한 조건 하에서 하나의 시료를 더 추가 측정된 시료를 말하며, 반복시료는 현장에서 채취할 수도 있지만 분진을 발생시키는 인공환경 챔버가 있는 경우 일정한 농도조건의 분진 인공환경을 구축한 후 이곳에서 채취한 시료를 가지고 평가할 수도 있음.

### (4) 분석과정

#### (가) 중량분석

- ① 데시케이터 안에 보관되었던 시료를 꺼낸 후, 카세트 외벽에 붙어있는 먼지를 물에 젖은 티슈로 잘 닦은 다음 티슈는 버린다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

② 저울이 설치된 중량분석실에 최소한 1시간 이상 놓아둔 후 중량분석 실시한다.

㉠ 카세트를 열어 필터를 조심스럽게 꺼낸 다음 무게를 잰다.

㉡ 각 시료필터 무게(W2) 및 공시료 무게(B2)를 잰 후 기록한다.

※ 필터의 상태 즉 과채취, 누설발생, 찢어짐 등 분석결과 해석에 도움이 될 만한 상황이 있으면 모두 기록한다.

(나) 교정 및 정도관리 : 무게를 달기 전에 전자저울은 반드시 0점을 맞추어야 하며, 시료채취 전, 시료채취 후, 그리고 시료추출 후에 사용되는 모든 전자저울은 동일한 것이어야 한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 농도를 구한다.

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W2 - W1) - (B2 - B1) \cdot 1000}{V}$$

W1 : 시료채취 전의 필터 무게(mg)

W2 : 시료채취 후의 필터 무게(mg)

B1 : 시료채취 전의 공시료 들의 평균 무게

B2 : 시료채취 후의 공시료 들의 평균 무게

V : 시료채취 총량( $\ell$ )

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 0600. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-112
---------

## 면분진

1. 적용대상 물질 : 면분진(cotton dust)

2. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
면분진	TWA	-	0.2	-	0.2	-	†
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

† :

- 면 폐기물 회수 공정(sorting, blending, cleaning, willing): 1 mg/m<sup>3</sup>
- 날실 제조(yarn manufacturing) 및 면 세척공정 : 0.200 mg/m<sup>3</sup>
- 직물분쇄 폐기물 및 날실조제공정의 낮은 등급으로 세척된 면(lower grade washed cotton)으로부터 발생된 면분진: 0.500 mg/m<sup>3</sup>
- 날실 풀먹이는 공정(slashing)과 짜는(weaving)공정에서 발생하는 면분진: 0.750mg/m<sup>3</sup>



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

3. 분석방법 : 중량분석법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>2) 기구 및 채취제 : Verticle elutriator +filter Verticle elutriator+ 5<math>\mu</math>m PVC 필터)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 7.4<math>\pm</math>0.2 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소 -</p> <p>최대 - 2664 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: 0.25</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 중량분석으로 무게 산출</p> <p>(2) 기기 : 전자저울(해독도: 0.001mg)</p> <p>※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.</p> <p>2. 전자저울</p> <p>(1) 사용 : 시료채취 전· 후에 사용되는 저울은 반드시 동일한 저울을 사용해야함.</p> <p>(2) 보정 : 주기적으로 검· 교정 실시</p> <p>3. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 :</p> <p>(2) 정 밀 도 :</p> <p>4. 검출한계 :</p> <p>5. 적용:</p> <p>6. 방해작용:</p>

(1) 원리

Verticle elutriator를 이용하여 작업환경 공기 중의 먼분진을 채취한 다음 전자저울을 이용하여 중량분석을 실시한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- .(가) 시료채취기
  - 필터: 5.0 $\mu$ m의 공극을 가진 PVC필터, 37-mm 3단 카세트 및 필터패드
  - Verticle elutriator: cotton dust sampler(GMW-4000, General Metalworks INC.)
- (나) 전자저울: 해독도, 0.001 mg
  - ※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.
- (다) 정전기 제거제 : <sup>210</sup>Po, 생산일로부터 9개마다 교체하여 사용할 것.
- (라) 핀셋: 가급적이면 나일론 재질을 사용할 것.
- (마) 중량분석실 환경조건: 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C(온도), 50 $\pm$ 5%(습도)

(3) 채취 및 처리

- (가) 시료채취 전 필터준비 과정
  - ① 시료채취용 필터와 현장 공시료 용 필터를 아래 2)의 절차에 따라 무게를 잰다.
  - ② 무게를 재는 과정
    - ㉠ 데시케이터에 보관된 필터를 꺼내 전자저울이 설치된 중량실에 재고자 하는 필터를 최소한 2시간 정도 방치하여 중량실의 온·습도 조건에 필터의 온·습도 조건을 평형화시킨다.
    - ㉡ 무게를 재기 전에 저울을 0점 조정한다.
    - ㉢ 핀셋이나 필터가 정전기를 나타낼 때에는 정전기 제거제 위를 반복 통과시켜 정전기를 제거한 후 무게를 재야 한다.
    - ㉣ 필터가 일정한 무게를 나타낼 때까지 반복하여 시료채취용 필터무게(W1) 및 공시료 필터 무게(B1)를 잰다(연속하여 잰 필터의 무게 차이가 10 $\mu$ g 이내여야 하며 이를 평균하여 무게로 사용한다.)
  - ③ 3단 카세트에 패드와 함께 PVC 필터를 장착시키고 카세트의 양쪽 구멍을 마개로 막고 카세트 연결부위는 시료채취 시 누설되지 않도록 셀룰로즈 밴드 등으로 밴딩 처리를 한다.
- (나) 시료채취
  - ① 3단 카세트 중 첫 번째 단(top piece)을 떼어낸 후 남은 2단 카세트를 elutriator의 카세트 장착 부위에 장착시킨다.
  - ② 셀룰로즈 밴드등을 이용하여 연결부위가 누설되지 않도록 밴딩처리한 후 시료채취

기에 장착된 모터를 가동시키고 유량을 보정한다.(면분진 채취기의 채취유량인  $7.4 \pm 0.2 \ell / \text{min}$ 이 되면 시료채취기에 부착된 압력 게이지는 17 inch Hg이상을 나타낸다.)

③ 펌프의 유량은 고정되어 있으므로 시료채취시간을 조절하여 시료채취 시 채취되는 입자상 물질의 무게가 약 2 mg을 초과하지 않도록 시료채취 시간을 조정하여 시료를 채취하도록 한다.

④ 동일 현장에 채취되는 시료 세트당 최소 5개의 현장 공시료를 분석실에 제출하여야 한다.

※ 현장 공시료의 경우 시료채취를 하지 않는다는 점을 제외하고는 현장 시료와 모든 면에서 동일하게 취급해야 한다. 즉 현장 공시료 용 시료채취기의 경우 펌프를 연결하지 않은 상태에서 카세트의 마개를 열고 현장 시료채취시간과 동일하게 현장의 오염되지 않은 지역에 보관한 다음 현장 시료채취가 종료되는 시점에 시료채취기 마개를 막고 현장시료와 동일하게 운반하도록 하여야 한다.

⑤ 채취된 시료(공시료 포함)는 시료채취 전에 제거하였던 첫 번째 단(top piece)를 다시 조립한 후 카세트의 마개를 막아 실험실로 운반 한다.

⑥ 실험실로 운반된 카세트는 마개를 제거하고, 중량분석 전에 데시케이터 안에서 하루밤 방치 시켜 수분 등을 제거하도록 한다.

⑦ 자체정도관리: 전자저울은 국가공인 검·교정기관으로부터 주기적으로 검·교정을 받거나, 또는 표준분동을 구입하여 자체적으로 검·교정을 실시하여야 하며, 현장 시료 세트당 2~4개 정도의 반복시료를 채취하여 현장시료와 동일한 분석과정을 거쳐 중량분석을 실시한 다음, 측정값들의 차이 즉 상대표준편차를 계산하여 시료채취 및 분석과정의 정확도 등을 검증해야 한다.

※ 반복시료: 현장시료 채취시 동일한 조건 하에서 하나의 시료를 더 추가 측정된 시료를 말하며, 반복시료는 현장에서 채취할 수도 있지만 분진을 발생시키는 인공환경 챔버가 있는 경우 일정한 농도조건의 분진 인공환경을 구축한 후 이곳에서 채취한 시료를 가지고 평가할 수도 있음.

#### (4) 분석과정

##### (가) 중량분석

① 데시케이터 안에 보관되었던 시료를 꺼낸 후, 카세트 외벽에 붙어있는 먼지를 물에 젖은 티슈로 잘 닦은 다음 티슈는 버린다.

② 저울이 설치된 중량분석실에 최소한 1시간 이상 놓아둔 후 중량분석 실시한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉞ 카세트를 열어 필터를 조심스럽게 꺼낸 다음 무게를 잰다.
- ㉟ 각 시료필터 무게(W2) 및 공시료 무게(B2)를 잰 후 기록한다.
  - ※ 필터의 상태 즉 과채취, 누설발생, 찢어짐 등 분석결과 해석에 도움이 될 만한 상황이 있으면 모두 기록한다.

(나) 교정 및 정도관리 : 무게를 달기 전에 전자저울은 반드시 0점을 맞추어야 하며, 시료채취 전, 시료채취 후, 그리고 시료추출 후에 사용되는 모든 전자저울은 동일한 것이어야 한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 농도를 구한다.

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W2 - W1) - (B2 - B1) \cdot 1000}{V}$$

W1 : 시료채취 전의 필터 무게(mg)

W2 : 시료채취 후의 필터 무게(mg)

B1 : 시료채취 전의 공시료 들의 평균 무게

B2 : 시료채취 후의 공시료 들의 평균 무게

V : 시료채취 총량( $\ell$ )

## 참고문헌

OSHA: Air sampling and analytical procedures for determining concentrations of cotton dust-1910.1043 App A

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

A-1-113
---------

## 총분진

### 1. 적용대상 물질

- 포틀랜드 시멘트(Portland cement)
- 쉘스톤(Soap stone): 총분진 및 호흡성 분진 노출기준 중 총분진 노출기준 평가시
- 기타 광물성 분진(Inert or nuisance particulate)
- 곡물분진(Grain dust)
- 목분진(Wood dust): 연목(Soft wood), 강목(Hard wood)
- 용접흄(Welding fume)
- 유리섬유(Fibrous glass dust)
- 칼슘시아나미드(Calcium cyanamide)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

## 2. 노출기준

물질명		구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
			ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
포틀랜드 시멘트		TWA	-	10	-	10	-	15
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
습스톤		TWA	-	6	-	6	-	20 <sup>†</sup>
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
기타광물성분진		TWA	-	10	-	10	-	15
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
곡물분진		TWA	-	10	-	4	-	10
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
목분진	연목	TWA	-	5	-	5	-	-
		STEL/Ceiling(C)	-	10	-	10	-	-
	강목	TWA	-	1	-	1(A1)	-	-
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
용접흡		TWA	-	5	-	5	-	-
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
유리섬유		TWA	-	10	-	5	-	15
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
칼슘시아나미드		TWA	-	0.5	-	0.5(A4)	-	-
		STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

† : 단위는 mppcf(million particles per cubic feet) 임.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

3. 분석방법 : 중량분석법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 37-mm, 5<math>\mu</math>m PVC 필터가 장착된 2단 또는 3단 카세트</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 ~ 2 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 7 l at 15mg/m<sup>3</sup></p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 133 l at 15mg/m<sup>3</sup></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: <math>\pm 11.04</math></p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 중량분석으로 무게 산출</p> <p>(2) 기기 : 전자저울(해독도: 0.001mg)</p> <p>※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.</p> <p>2. 전자저울</p> <p>(1) 사용 : 시료채취 전·후에 사용되는 저울은 반드시 동일한 저울을 사용해야함.</p> <p>(2) 보정: 주기적으로 검·교정 실시</p> <p>3. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 0.1 - 2 mg/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.026</p> <p>4. 검출한계 : 0.03 mg/시료</p> <p>5. 적용:</p> <p>6. 방해작용: 수분, 휘발성 유기화합물을 제거하지 않으면 과대 평가될 수 있음</p>

(1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 PVC필터를 이용하여 여과채취 한 후 전자저울을 이용하여 중량분석을 실시한다.

**(2) 기구**

(가) 시료채취기 : 2~5 $\mu$ m 공극을 가지는 37-mm PVC 필터 또는 동등한 성능을 가지는 비 흡습성 여과재, 37-mm 2단 또는 3단 카세트 및 필터패드

※ 용접흡, 유리섬유 채취시는 3단 카세트의 상단 조각을 제거한 상태(open face)에서 시료를 채취하고, 그 외 입자상 물질은 3단 카세트의 중간 조각을 제거하고 조립한 2단 카세트(closed face)상태로 시료를 채취

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 1~ 2  $\ell$ /min의 고유량 펌프, 유연성 튜브

(다) 전자저울: 해독도, 0.001 mg

※ 해독도 0.01mg인 전자저울도 현 노동부 노출기준은 평가가능 함.

(라) 정전기 제거제 :  $^{210}\text{Po}$ , 생산일로부터 9개마다 교체하여 사용할 것.

(마) 핀셋: 가급적이면 나일론 재질을 사용할 것.

(바) 중량분석실 환경조건: 20 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C(온도), 50 $\pm$ 5%(습도)

**(3) 채취 및 처리**

(가) 시료채취 전 필터준비 과정

① 시료채취용 필터와 현장 공시료 용 필터를 아래 2)의 절차에 따라 무게를 잰다.

② 무게를 재는 과정

㉠ 데시케이터에 보관된 필터를 꺼내 전자저울이 설치된 중량실에 재고자 하는 필터를 최소한 1시간 정도 방치하여 중량실의 온·습도 조건에 필터의 온·습도 조건을 평형화시킨다.

㉡ 무게를 재기 전에 저울을 0점 조정한다.

㉢ 핀셋이나 필터가 정전기를 나타낼 때에는 정전기 제거제 위를 반복 통과시켜 정전기를 제거한 후 무게를 재야한다.

㉣ 필터가 일정한 무게를 나타낼 때까지 반복하여 시료채취용 필터무게(W1) 및 공시료 필터 무게(B1)를 잰다(연속하여 잰 필터의 무게 차이가 10 $\mu$ g 이내여야 하며 이를 평균하여 무게로 사용한다.)

③ 3단 카세트에 패드와 함께 PVC 필터를 장착시키고 카세트의 양쪽 구멍을 마개로 막고 카세트 연결부위는 시료채취 시 누설되지 않도록 셀룰로즈 밴드 등으로 밴딩 처리를 한다.

(나) 시료채취

① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).



- ② 1~2ℓ/min 유량으로 7~133ℓ 가량 시료를 채취한다. 시료채취 시 채취되는 입자상 물질의 무게가 약 2 mg을 초과하지 않도록 시료채취 시간을 조정하여 시료를 채취하도록 한다.
- ※ 용접흡 시료채취시는 용접면 내부에 시료채취기를 설치하여 시료를 채취하도록 한다.
- ③ 동일 현장에 채취되는 시료 세트당 최소 5개의 현장 공시료를 분석실에 제출하여야 한다.
- ※ 현장 공시료의 경우 시료채취를 하지 않는다는 점을 제외하고는 현장 시료와 모든 면에서 동일하게 취급해야 한다. 즉 현장 공시료 용 시료채취기의 경우 펌프를 연결하지 않은 상태에서 카세트의 마개를 열고 현장 시료채취시간과 동일하게 현장의 오염되지 않은 지역에 보관한 다음 현장 시료채취가 종료되는 시점에 시료채취기 마개를 막고 현장시료와 동일하게 운반하도록 하여야 한다.
- ④ 채취된 시료(공시료 포함)는 카세트의 마개를 제거하고, 데시케이터 안에서 하룻밤 방치시켜 수분 등을 제거하도록 한다.
- ⑤ 자체정도관리: 전자저울은 국가공인 검·교정기관으로부터 주기적으로 검·교정을 받거나, 또는 표준분동을 구입하여 자체적으로 검·교정을 실시하여야 하며, 현장 시료 세트당 2~4개 정도의 반복시료를 채취하여 현장시료와 동일한 분석과정을 거쳐 중량분석을 실시한 다음, 측정값들의 차이 즉 상대표준편차를 계산하여 시료채취 및 분석과정의 정확도 등을 검증해야 한다.
- ※ 반복시료: 현장시료 채취시 동일한 조건 하에서 하나의 시료를 더 추가 측정된 시료를 말하며, 반복시료는 현장에서 채취할 수도 있지만 분진을 발생시키는 인공환경 챔버가 있는 경우 일정한 농도조건의 분진 인공환경을 구축한 후 이곳에서 채취한 시료를 가지고 평가할 수도 있음.

#### (4) 분석과정

##### (가) 중량분석

- ① 데시케이터 안에 보관되었던 시료를 꺼낸 후, 카세트 외벽에 붙어있는 먼지를 물에 젖은 티슈로 잘 닦은 다음 티슈는 버린다.
- ② 저울이 설치된 중량분석실에 최소한 1시간 이상 놓아둔 후 중량분석 실시한다.
- ㉠ 카세트를 열어 필터를 조심스럽게 꺼낸 다음 무게를 잰다.
- ㉡ 각 시료필터 무게(W2) 및 공시료 무게(B2)를 잰 후 기록한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

※ 필터의 상태 즉 과채취, 누설발생, 찢어짐 등 분석결과 해석에 도움이 될 만한 상황이 있으면 모두 기록한다.

(나) 교정 및 정도관리 : 무게를 달기 전에 전자저울은 반드시 0점을 맞추어야 하며, 시료채취 전, 시료채취 후, 그리고 시료추출 후에 사용되는 모든 전자저울은 동일한 것이어야 한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 농도를 구한다.

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W2 - W1) - (B2 - B1) \cdot 1000}{V}$$

W1 : 시료채취 전의 필터 무게(mg)

W2 : 시료채취 후의 필터 무게(mg)

B1 : 시료채취 전의 공시료 들의 평균 무게

B2 : 시료채취 후의 공시료 들의 평균 무게

V : 시료채취 총량( $\ell$ )

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 0500. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-114
---------

## 1-브로모프로판, 2-브로모프로판

1. 물질명 : 1-브로모프로판(1-Bromopropane),  
2-브로모프로판(2-Bromopropane)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	1-브로모프로판	2-브로모프로판
화학식	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> Br	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> Br
CAS No.	106-94-5	75-26-3
분자량	123.01	123.0
비중(20℃)	1.353	1.31
끓는점(℃)	70.9	59.0
증기압(mmHg, 18 ℃)	100	236.3

### 3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
1-브로모프로판	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
2-브로모프로판	TWA	1	5	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : $\leq 0.10 \text{ l/min}$ (4) 총량 : 12 l  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 약 2주  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> /N,N-Dimethylformide (99:1) 1 ml를 넣고 30분간 방치 (2) 효율 : 0.977  3. 검량선 : 30.16 - 603.2 $\mu\text{g/ml}$  4. 정 밀 도 :  5. 검출한계 : 0.13 $\mu\text{g/시료}$

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>/N,N-Dimethylformide로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

##### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 :  $\leq 0.1 \text{ l/min}$ 의 저유량 펌프
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : Capillary, 60m x 0.32mm x 1.5 $\mu\text{m}$ , Rtx-volatiles fused silica capillary

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

column 또는 이와 동등한 column

- (마) 바이엘 : 2 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10, 25, 100  $\mu$ l
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫 : 1 ml

### (3) 시약

- (가) 이황화탄소 : 크로마토그래피 분석등급
- (나) N,N-Dimethylformide : 크로마토그래피 분석등급
- (다) 1-Bromopropane, 2-Bromopropane : 특급
- (라) p-Cymene : 특급
- (마) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (바) 여과된 공기
- (사) 질소(N<sub>2</sub>)가스
- (아) 탈착액 : Carbon disulfide/N,N-Dimethylformide의 비를 99:1로 혼합하고 이 혼합용매에 내부표준물질로 p-Cymene을 0.25  $\mu$ l/ml를 첨가한다.

### (4) 채취 및 처리

(가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③  $\leq 0.1$  l/min에서 정확한 유량으로 최대 12 L까지 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 흡착튜브를 플라스틱 마개로 막아(고무마개는 피한다) 운반한다.

(나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

## (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(30.16 - 603.2  $\mu\text{g/ml}$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.  
탈착효율(DE) = 검출량/ 주입량

## (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 200  $^{\circ}\text{C}$   
검출부(Detector) : 275  $^{\circ}\text{C}$   
칼럼(Column):40 $^{\circ}\text{C}$ (4분), 200  $^{\circ}\text{C}$ 까지 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로 승온, 200  $^{\circ}\text{C}$ (8분)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(auto sampler)를 이용하는 방법이 있다.

## (6) 농도계산

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료과과가 일어난 것이므로 사용할 수 없다.

## 참고문헌

1. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV2061. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>
2. Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method PV2062. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-114
---------

과산화수소

1. 물질명 : 과산화수소(Hydrogen peroxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	과산화수소
화학식	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
CAS No.	7722-84-1
분자량	34
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	108
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	1.5	1(A3)	1.4(A3)	1	1.4
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 분광광도계법



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 액체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 미젯 임핀저 (MFGB, Midget Fritted Glass Bubbler), 에 TiOSO<sub>4</sub> 흡수용액 15 ml</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.5 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 -</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 100 l</p> <p>2. 운반 : 저온운반상자에 넣어서 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 냉동보관에서 30일 정도 안정</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 분광광도계를 이용하여 흡광도를 측정하여 분석</p> <p>(2) 기기 : 분광광도계</p> <p>2. 분석파장 : 410nm</p> <p>3. 범위 : 2 - 100 µg/시료</p> <p>4. 검출한계 : 2.00 µg/시료</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 흡수액을 이용하여 액체채취한 후 시료용액을 분광광도계를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 미젯 임핀저(MFGB, Midget Fritted Glass Bubbler),에 TiOSO<sub>4</sub> 15 ml
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 l/min
- (다) 분광광도계(Spectrophotometer)
- (라) 온도계

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (마) 초시계
- (바) 압력계
- (사) 초자기구

### (3) 시약

#### (가) 티타늄(IV) 흡수용액

- ① Titanium oxysulfate-sulfur acid complex hydrate( $TiOSO_4 \cdot xH_2SO_4 \cdot xH_2O$ , CAS No. 123334-00-9)를 데시케이터에 넣고 하룻밤 동안 건조시킨다.
- ② 비이커에 건조시킨 complex hydrate 5.5 g,  $(NH_4)_2SO_4$  20g 그리고 황산( $H_2SO_4$ ) 100 ml를 넣고 첨가물질이 다 녹을 때까지 가열하면서 녹인다. 다 녹은 용액은 상온에서 식힌다.
- ③ ②에 증류수를 350 ml를 조심스럽게 넣은 후 HA 필터로 여과시킨 다음 여과용액에 증류수를 가해 500 ml로 맞춘다.
- ④ 위의 용액을 1:50으로 희석한 것을 흡수용액으로 사용한다.

#### (나) 과산화수소 표준용액

- ① 500 ml의 용량플라스크에 30% 과산화수소 2 ml를 넣고 증류수로 맞춘다.
- ② ①의 용액 2 ml를 취해 이를 증류수로 희석하여 200 ml로 만든 것을 표준용액으로 사용한다.(120  $\mu g/10ml$ )

#### (나) 4N 황산( $H_2SO_4$ )

#### (라) 1N 요오드화 칼륨(KI)

#### (마) 1N $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$

#### (바) 0.1N $Na_2S_2O_3$

(사) 녹말용액은 1 g의 붕산이 녹아있는 10 ml의 뜨거운 물에 2 g의 수용성 녹말을 첨가한 후, 1분 동안 끓인 다음, 식혀서 만든다. 보관 시에는 뚜껑이 있는 병에 넣어 보관한다.

### (4) 시료채취

(가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).

(나) 시료채취를 위해 미젯 임핀저에  $TiOSO_4$  흡수용액 15 ml를 넣고 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (다) 시료채취는 0.5ℓ/분의 유량으로 하며, 시료채취량이 100 L를 추천한다.
- (라) 시료를 밀폐용기에 넣고 용기와 뚜껑 사이를 Sealing film으로 잘 밀봉하여 운반한다.

**(5) 분석과정**

- (가) 최종 시료부피를 확인한 다음 이 시료 중 5ml를 취해 증류수 10ml를 가해 최종 부피가 15 ml가 되도록 한다.
- (나) 표준용액은 현장에서 채취한 시료농도 범위를 포함할 수 있도록 조제하여야 하는데,  $TiOSO_4$  흡수용액 5 ml에 과산화수소 표준용액을 농도수준별로 첨가하고 이에 다시 증류수를 첨가하여 최종부피가 15ml로 되게 하는 방법으로 제조한다.
- (다) 분석할 때 시료와 공시료를 함께 분석한다.

**(6) 과산화수소 표준용액 제조농도 확인**

- (가) 과산화수소( $H_2O_2$ ) 표준용액 4 ml
- (나) 증류수 21 ml
- (다) 4N 황산( $H_2SO_4$ ) 10 ml
- (라) 1N 요오드화 칼륨(KI) 6 ml
- (마) 1N  $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$  3방울
- (바) 위(가 ~ 마)을 125 ml 삼각플라스크에 넣고 0.1N  $Na_2S_2O_3$ 를 연한 노란색이 될 때까지 첨가한 후, 녹말용액 1 ml를 첨가하면 파란색이 된다. 0.1N  $Na_2S_2O_3$ 를 조금씩 가하여 플라스크 안에 있는 용액이 무색이 될 때까지를 첨가한다.
- (사) 용액이 무색이 될 때까지 적정에 사용된 0.1N  $Na_2S_2O_3$ 의 총 부피를 구한다.

**(7) 분석**

- (가) 분광광도계는 기기제조회사에서 추천하는 방법을 숙지하고 사용하도록 한다.
- (나) 과산화수소를 분석할 때 사용되는 파장은 410 nm이며, 공시료를 이용하여 파장은 0.00에 맞춘 후 분석을 실시한다.

**(8) 농도계산**

- (가) 과산화수소의 농도는 다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$$\mu\text{g}(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{3x(\text{C}_s - \text{C}_b) \times \text{V}_a}{\text{V}_b}$$

$\text{C}_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도( $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ )

$\text{C}_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도( $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ )

$\text{V}_a$  : 현장에서 채취된 최종 시료부피( $\text{ml}$ )

$\text{V}_b$  : 시료채취 총량( $\ell$ )

3 : 현장시료 희석 배수

(나) 과산화수소 표준용액 농도는 아래 식에 의해 구한다.

$$C = \frac{17 \cdot N \cdot \text{V}_a}{\text{V}_b}, \text{ mg/ml}$$

$N$  :  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 의 노르말 농도(0.1)

$\text{V}_a$  : 적정에 사용된 0.1N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 의 부피( $\text{ml}$ )

$\text{V}_b$  : 시료부피(4 ml)

## 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method VI-6. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-116

프탈릭 언하이드라이드

1. 물질명 : 무수 프탈산(Phthalic anhydride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	무수 프탈산
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CO) <sub>2</sub> O
CAS No.	85-44-9
분자량	148
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	295
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1	6	1(A4)	6.1(A4)	2	12
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 유리섬유여과지 2장, (10 mg veratryamine로 코팅) (3) 시료채취 유량 : 1.0 ℓ/min (4) 총량 : 최소 - 최대 - 75 ℓ  2. 운반 : 저온운반상자에 넣어서 운반  3. 시료의 안정성 : 냉동보관에서 30일 정도  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : HPLC를 이용하여 분리한 후 uv 검출기로 검출 (2) 기기 : UV 검출기가 부착된 HPLC  2. 추출 : Acetonitrile/dimethyl sulfoxide (1) 방법 : 90:10 (2) 효율 : 95 %  3. 검량선 :  4. 정 도 (1) 범위 : 55.94 - 239.8 μg/ml (2) 효율 : 0.015  5. 검출한계 : 2.34 μg/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 추출한 다음 시료용액을 조제하여 HPLC/UV를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 2장의 코팅된 유리섬유 여과지가 장착된 4단 카세트(그림 참조)
- 유리섬유 여과지 2장을 10 mg veratrylamine으로 각각 코팅 한 후 3단 카세트의 패드위치에 패드대신 한 장의 코팅된 유리섬유 여과지를 놓고, 중간단계의 카세트를 조립한 다음, 다시 코팅된 유리섬유여과지를 놓고 중간단계 카세트 하나를 더 조립한

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다. 마지막으로 최 상단 카세트를 조립하여 시료채취기를 완성시킨다.

※ veratrylamine 코팅 : 메탄올 1 ml에 veratrylamine 25 mg을 녹인 후 0.4 ml를 유리 섬유 여과지에 첨가하고 진공오븐에서 증발시켜 만든다.

- (나) 개인시료 채취용 펌프 :  $\leq 1.0 \text{ l/min}$
- (다) 고성능액체크로마토그래피(HPLC/UV)
- (라) 칼럼 : Nova pak C<sub>18</sub>
- (마) 바이엘 : 4 ml
- (바) 용량플라스크
- (사) 피펫
- (아) 교반기(shaker)

### (3) 시약

(가) Phthalic anhydride-veratrylamine derivative(PHVA)

① 합성을 위한 시약

- veratrylamine, 97% : 시약등급
- Phthalic anhydride, 99 + % : 시약등급
- Toluene : 시약등급
- Isooctane : 시약등급
- Chloroform : 시약등급

② 합성을 위한 초자

- 삼각플라스크
- 여과장치 플라스크
- Fritted-glass filtering funnel
- 폭발방지용 가열판

③ 합성절차

- 클로로포름 10 ml에 veratrylamine의 1.67 g, 그리고 무수프탈산 1.48 g를 넣고 10 분 동안 흔들며 녹여 혼합 한다
- 후드 안에서 클로로포름을 증발시킨다. 최소의 클로로포름을 이용하여 녹지 않은

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

잔여분을 다시 녹인다.

- 가열판을 가열하면서 용액이 흐리게 될 때까지 isooctane을 조금씩 첨가한다.
- 클로로포름 몇 방울을 첨가해 용액을 깨끗하게 한다.
- 가열판에서 플라스크를 꺼낸다.
- 용액을 상온까지 식히고, 하룻밤 동안 냉동고에 저장하도록 한다.
- 이렇게 만들어진 결정체를 수거한다. 이것의 녹는점은 120.0 - 121.5 °C이다.
- 합성과정의 반응은 정량적이므로 결정체의 무게가 곧 유도체(PHVA)의 무게가 된다.

(나) 추출용매 : Acetonitrile/dimethyl sulfoxide을 90:10(V/V)으로 혼합한 용액

(다) 인산(phosphoric acid)

(라) 증류수 : HPLC급

#### (4) 시료채취

(가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).

(나) 4단으로 조립된 시료채취기의 최상단 카세트를 제거한 상태 즉, 오픈페이스로 시료를 채취한다.

(다) 1.0 ℓ/분의 유량으로 75 L 정도 시료채취를 한다.

(라) 시료의 뚜껑을 닫고 시료가 누출되지 않도록 운반한다.

#### (5) 분석과정

(가) 시료 전처리

- ① 두 장의 유리섬유 여과지를 접어서 각각 WISP 바이알에 넣는다.
- ② 각각의 바이알에 4 ml의 추출용액을 넣고 뚜껑을 닫는다.
- ③ 교반기를 이용하여 바이알을 1시간동안 흔들어준다.

(나) 표준용액 조제

- ① 10 ml 용량플라스크에 PHVA 10 - 20 mg을 넣고 추출용매로 용량을 맞춘다.
- ② PHVA에 대한 무수프탈산의 역가는 0.4697이다. 10 ml에 10 g의 PHVA가 녹아있다면 무수프탈산의 농도는 0.4697 mg/ml또는 469.7 µg/ml이다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

※ 무수프탈산의 분자량 / OHVA의 분자량 = 48.12/315.33 = 0.4697

(다) 검량선 작성과 정도관리

- ① 표준용액의 농도를 112.5  $\mu\text{g/ml}$ 를 목표농도로 추정하고 적정범위에서 적어도 6개의 표준용액을 만들어 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 공시료, 추출효율 실험용도 시료와 동일한 방법으로 추출한다.
  - ㉡ 분석할 때 시료, 회수율 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ② 추출효율(Extraction efficiency) 시험
  - ㉠ 추출효율 시험을 위한 PHVA 농도를 결정한다.
  - ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 유리섬유여과지(코팅처리 안된 것)에 각 수준별로 3개씩 주입한다.
 
$$\text{추출효율} = \text{분석량} / \text{주입량}$$

(라) 분석

- ① HPLC/UV는 기기제조회사에서 추천하는 방법을 숙지하고 사용하도록 한다.
- ② PHLC 분석조건
  - 칼럼 : NOVA-PAK C18(8mm x 100mm x 5 $\mu$  particle size)
  - 이동상 : water/acetonitrile/phosphoric acid (73:27:0.1)
  - 유량 : 2.0ml/min
  - 주입량 : 5  $\mu\text{l}$
  - 검출기 : UV, 200 nm

(마) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times EE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 희석한 최종용량(4 ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 희석한 최종용량(4 ml)

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

V : 공기채취량( $\ell$ )

EE : 추출효율

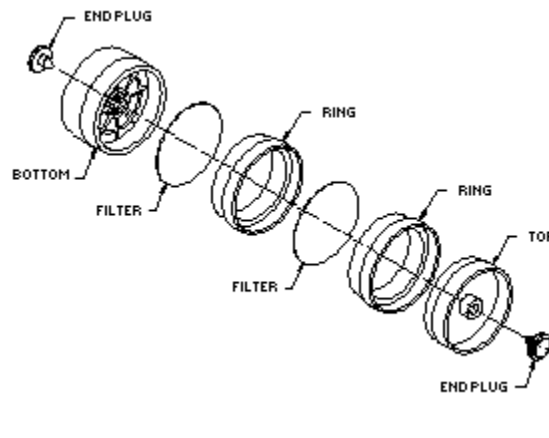


그림. 시료채취기 조립모습

## 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 90. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-117
---------

## 바륨 및 그 가용성화합물

1. 물질명 : 바륨 및 그 가용성화합물

2. 물리·화학적 특성

구 분	바 른
화학식	Ba
CAS No.	7440-39-3
분자량	137.34
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.5	-	0.5(A4)	-	0.5
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법(AAS, Flame)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 막여과지 (0.8- $\mu$ m, cellulose ester membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 4 $\ell$ /min (4) 총량 : 최소 - 50 $\ell$ 최대 - 1000 $\ell$  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 안정  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : AAS를 이용하여 고유파장 분석 (2) 기기 : AAS  2. 전처리 뜨거운 증류수로 추출하고 염산 3방울을 떨어뜨려 전처리 함.  3. 검량선 : 5% HCl/1.1mg/ml Na <sup>+</sup> , 5ml 25 - 200 ug/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 25 - 200 ug/시료 (2) 정밀도 : 0.025(43 - 180 ug/시료)  5. 검출한계 : 2 ug/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 회화시킨 다음 시료 용액을 조제하여 AAS를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu$ m cellulose ester membrane)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 L/min
- (다) 원자흡광과도계(AAS) nitrous oxide-acetylene 버너
- (라) 초자기구
  - ① 100 ml PTFE 비이커

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ② 용량플라스크 : 10, 100 ml
- ③ 피펫 : 4 - 400  $\mu$ l, 5 ml
- (마) 가열판
- (바) 핀셋
- (사) 원심분리기 및 원심분리기 용기 50 ml

**(3) 시약**

- (가) 질산(특급)
- (나) 염산(특급)
- (다) Sodium chloride(NaCl)
- (라) 5% 염산(v/v)/1.1 mg/ml Na<sup>+</sup> : 증류수 100 ml에 염산 5 ml 및 NaCl 0.28g을 첨가한 후 증류수를 가해 100 ml로 맞춘다.
- (마) nitrous oxide
- (바) acetylene
- (사) 증류수

**(4) 시료채취**

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 1 - 4l/분의 유량으로 50 - 1000L 정도 시료채취를 한다. 이때 시료채취량이 2 mg 을 넘지 않도록 한다.

**(5) 분석과정**

- (가) 시료 이동
  - ① 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동시킨다.
  - ② 시료를 포함하지 않은 시료를 공시료라 하며, 시료 세트당 2 -10의 현장 공시료가 필요하다.
- (나) 시료 전처리
  - ① 카세트를 열고 시료와 공시료를 비이커에 넣는다.
  - ② 10 ml의 뜨거운 증류수를 비이커에 넣고, 가끔씩 돌려주면서 10분간 놓아둔다. 원심 분리기 용기에 옮겨 담는다.
  - ③ 시료와 비이커를 뜨거운 증류수를 2 ml로 행구어 원심분리기 용기에 담는다. 이를

반복하여 원심분리기 용기에 담는다.

- ④ 핀셋으로 시료를 집어내어 뜨거운 증류수로 헹구어 원심분리용기에 담는다.
- ⑤ 2 ml의 증류수로 2-3회 비이커를 닦아 원심분리용기에 담는다. 원심분리를 한 후 두 번째 비이커에 옮긴다.
- ⑥ 염산 3방울을 시료에 첨가하고 용액이 0.5 ml 남을 때까지 증발시킨다.
- ⑦ 비이커를 식히고, 각각의 비이커에 5% 염산(v/v)/1.1 mg/ml Na<sup>+</sup>을 피펫으로 5 ml를 첨가한다.

(다) 검량선 작성과 정도관리

- ① 5% 염산(v/v)/1.1 mg/ml Na<sup>+</sup>을 이용하여 Ba<sup>+</sup>의 농도를 0.4 - 40 ug/ml(0.002 - 0.2 mg/시료)의 범위에서 적어도 6개의 표준시료를 만들어 검량선을 작성한다.
- ② 표준용액의 범위에서 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 한번 작성한 검량선에 따라 보통 10개의 시료를 분석한 다음, 다시 분석기기 반응에 대한 일정성을 확인한다. 만일 반응이 일정하지 않을 경우 검량선을 다시 작성하고 이에 따라 시료를 분석한다.

(라) 분석

분석장비 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

\* 기기 조건 : nitrous oxide-acetylene(reducing)

-파장 : 553.6nm

(마) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

C<sub>s</sub> : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm, μg/ml)

V<sub>s</sub> : 시료에서 희석한 최종용량(ml)

C<sub>b</sub> : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm, μg/ml)

V<sub>b</sub> : 공시료에서 희석한 최종용량(ml)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

V : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7056. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-118
---------

## 불 소

1. 물질명 : 불화수소(Hydrogen fluoride)

2. 물리·화학적 특성

구 분	불 소
화학식	HF
CAS No.	7664-39-3
분자량	18.998
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	19.5
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	-	-	-	-	3
STEL/Ceiling(C)	C3*	C2.5*	C3*	C2.3*	-	-

\* as F

4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 막 여과지 + 알카리 패드(0.8-<math>\mu</math>m, cellulose ester membrane + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub><sup>-</sup> treated cellulose pad)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 2 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p>최소 - 1 <math>\ell</math> (3 ppm, HF)</p> <p>최대 - 120 <math>\ell</math> (2.5 mg/m<sup>3</sup>, 비수용성 입자)</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : IC의 분리능을 이용하여 검출</p> <p>(2) 기기 : IC/conductivity</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 여과지 : NaOH로 녹여 100 ml의 증류수로 용해함. 이를 증류수로 1:40으로 희석함</p> <p>(2) 알카리 패드 : 증류수로 추출</p> <p>3. 완충액 : 1.25mM Na<sub>2</sub>O B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, 2 ml/min</p> <p>4. 칼 럼 :</p> <p>(1) separator column : IonPac - AS4A</p> <p>(2) guard column : IonPac - AG4A</p> <p>(3) anion micromembrane suppressor</p> <p>5. Conductivity Setting : 10<math>\mu</math>S full scale</p> <p>6. 범 위 :</p> <p>(1) 가 스 : 0.01 - 0.24 mg/시료</p> <p>(2) 미립자 : 0.30 - 10.0 mg/시료</p> <p>7. 검출한계</p> <p>(1) 가 스 : 3 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 미립자 : 120 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>8. 정밀도</p> <p>(1) 가 스 : 0.019</p> <p>(2) 미립자 : 0.066</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지와 패드로 채취하여 전처리 용액으로 전처리시킨

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

다음 시료용액을 조제하여 IC/conductivity를 이용하여 정량한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu\text{m}$  cellulose ester membrane) + porous plastic backup pad(Nuclepore #220800) + treated cellulose pad(0.8 ml의 정착액을 뿌린 후 105 °C에서 30 -45분 동안 건조시킴), 이를 카세트에 장착하며 treated cellulose pad가 맨 아래, porous plastic backup pad를 중간카세트 위에 위치시키고 그 위에 막여과지를 올려놓은 후 공기가 들어가는 최상층 카세트를 조립한다(그림 참조).
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 2 L/min
- (다) 이온크로마토그래피(Ion Chromatography, IC), Conductivity 검출기
- (라) 도가니
- (마) 삼발이
- (바) 용량플라스크 : 10, 100 ml 그리고 1L
- (사) 피펫
- (아) 주사기 : 10 ml
- (자) syringe filter : 25 mm
- (차) 초음파 욱조
- (카)가열판
- (타) 이동식 진공펌프
- (파) 150 ml 플라스틱용기

## (3) 시약

- (가) Sodium carbonate( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- (나) Glycerol
- (다) Sodium fluoride( $\text{NaF}$ )
- (라) Sodium tetraborate( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )
- (마) 알카리 고정용액(Alkaline fixative solution): 증류수 1L에  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  25 g를 녹이고 glycerol 20 ml를 넣고 증류수를 가해 1 L로 맞춘다.
- (바) 불소 표준용액(100  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) : 증류수 1 L에  $\text{NaF}$ (105 °C에서 2시간 건조된 시약을 사용) 0.2251 g를 녹인 후, 증류수를 가해 1 L로 맞춘다.
- (사) 20 %의 Sodium hydroxide : 증류수 1 L에  $\text{NaOH}$  200 g를 녹인 후, 증류수를 가해

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

1 L로 맞춘다.

- (아) Acetate stock solution : 증류수 100 ml에 sodium acetate 0.1389 g를 녹인 후, 증류수를 가해 100 ml로 맞춘다.
- (자) 혼합 음이온 용액(Mixed anion solution) : 증류수 50 ml에 불소 표준용액 100  $\mu$ l와 초산 표준용액 100  $\mu$ l를 넣고 증류수를 가해 50 ml로 맞춘다.
- (차) 완충액, 1.25mM sodium tetraborate : 증류수 4 L에 Sodium tetracarbonate ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) 1.9079 g을 넣고 증류수를 가해 4 L로 맞춘다.

#### (4) 시료채취

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 카세트와 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 1 - 2 l/분의 유량으로 가스로 존재할 때는 1 L 또는 120(미립자) - 180 정도 시료채취를 한다. 이때 시료채취량이 2 mg을 넘지 않도록 한다.
- (라) 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동시킨다.
- (마) 시료를 포함하지 않은 시료를 공시료라 하며, 시료 세트당 2 - 10의 현장 공시료가 필요하다.

#### (5) 분석과정

- (가) 시료 전처리 1 - 막 여과지(미립자 불소)
  - ① 여과지를 20 %의 NaOH 5 ml가 담겨있는 도가니에 옮겨 담는다.
  - ② 가열판에서 증발시켜 건조시킨다.
  - ③ Bunsen 또는 Meeker 버너 위에서 1 - 2분 정도 열을 가해 잔여물을 용출한 후 식힌다.
  - ④ 도가니의 시료를 플라스틱 용기에 옮겨 담고 증류수 100 ml를 넣은 후, 뚜껑을 닫는다.
  - ⑤ 시료에 15 - 20분정도 초음파를 가한다.
  - ⑥ 시료를 증류수로 1:40으로 희석한다. 이때 부유물이 있을 경우 부유물은 syringe filter로 제거하고 IC 바이알로 옮겨 담는다.
- (나) 시료 전처리 2 - 알카리 패드(가스상 불소)
  - ① 알카리 패드를 핀셋으로 플라스틱 용기에 옮겨 담고 증류수 100 ml를 넣은 후, 뚜껑을 닫는다.

- ② 시료에 15 - 20분정도 초음파를 가한다.
- ③ 부유물이 있을 경우 부유물은 syringe filter로 제거하고 IC 바이알로 옮겨 담는다.

## (다) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도 범위에서 적어도 6개의 표준시료를 만들어 검량선을 작성한다.
  - 표준시료를 만들 때 혼합된 음이온 표준용액을 증류수가 들어있는 50 ml 용기에 만든다. 희석할 때에도 증류수를 사용한다.
- ② 표준시료를 1주일마다 만들어 사용한다.
- ③ 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ④ 회수율 시험을 위한 농도를 결정한다.
- ⑤ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개씩 떨어뜨린다.
  - \* 농도수준 및 농도별 반복 정도는 실험자의 판단에 따라 달라질 수 있다.
- ⑥ 하루밤 정도 방치한 후 시료제조 과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여 다음과 같이 회수율을 구한다.

$$\text{회수율} = \text{분석량} / \text{주입량}$$

## (라) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C_p = \frac{W_p V_p - B_p V_{pb}}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3 \quad C_s = \frac{W_g V_g - B_g V_{gb}}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

$W_p$  : 막 여과지에서의 분석물질(입자상 불소)의 농도( $\mu\text{g}$ )

$W_g$  : 알카리 패드에서의 분석물질(가스상 불소)의 농도( $\mu\text{g}$ )

$B_p$  : 공시료에서의 분석물질(입자상 불소)의 농도( $\mu\text{g}$ )

$B_g$  : 공시료에서의 분석물질(가스상 불소)의 농도( $\mu\text{g}$ )

$V_p$  : 막 여과지(미립자 불소) 분석에서의 시료최종용량(ml)

$V_g$  : 알카리 패드(가스상 불소) 분석에서의 시료최종용량(ml)

$V_{pb}$  : 공시료 분석에서 시료 최종용량(ml)

$V_{pg}$  : 공시료 분석에서 시료 최종용량(ml)

$V$  : 공기 채취량( $\ell$ )

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

RE : 회수율

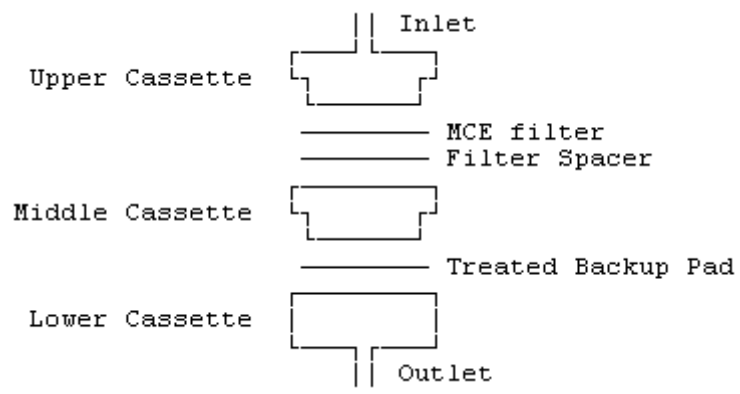


그림. 오존 시료채취기 조립모습

참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7906. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-119

## 비소 및 그 무기화합물

1. 물질명 : 비소 및 그 무기화합물

2. 물리·화학적 특성

구 분	비 소
화학식	As
CAS No.	7440-38-2
분자량	74.92
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.2	-	0.01(A1)	-	0.01* Ca
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

\* Inorganic compounds  
 Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1018)

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 막여과지 (0.8- $\mu$ m, cellulose ester membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 3 $\ell$ /min (4) 총량 : 최소 - 30 $\ell$ 최대 - 1000 $\ell$  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 냉장 보관시 안정함  4. 공시료 : 시료 셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : AAS를 이용하여 흡광도 측정 (2) 기기 : AAS-Cold vapor system  2. 전처리 (1) 회화용액 : 질산 3 ml, 황산 1 ml, 과염소산 1ml (2) 전처리 : 상기용액을 5 ml 넣고 140 $^{\circ}$ C 에서 회화  3. 검량선 : 4% 황산용액 0.05 - 2.0 $\mu$ g/시료  4. 범 위 : 0.00025 - 0.01 mg/m <sup>3</sup> 시료 (200L 공기량 기준)  5. 검출한계 : 0.02 $\mu$ g/시료  6. 정밀도 : 0.11

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 회화시킨 다음 시료 용액을 조제하여 AAS-cold vapor system를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu$ m cellulose ester membrane)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 3 L/min
- (다) 원자흡광광도계 비소발생기화장치(AAS-Cold vapor system)
- (라) 초자기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 비이커 및 시계접시 : 50, 100 ml
  - ② 용량플라스크 : 25, 100 ml
  - ③ 피펫 : 종류별로 필요에 따라
- (마) 가열판

**(3) 시약**

- (가) 질산(특급)
- (나) 황산(특급)
- (다) 염산(특급)
- (라) 과염소산(특급)
- (마) 회화용액 : 질산 3 ml, 황산 1 ml, 과염소산 1ml
- (바) 수소
- (사) 아르곤
- (아) 증류수
- (자) Sodium borohydride, pellets
- (차) Air

**(4) 시료채취**

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 1 - 3ℓ/분의 유량으로 30 - 1000L 정도 시료채취를 한다. 이때 시료량이 2 mg을 넘지 않도록 한다.

**(5) 분석과정**

- (가) 시료이동
  - ① 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동시킨다.
  - ② 공시료 : 시료를 채취하지 않은 필터를 공시료로 한다.
- (나) 시료 전처리



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ① 카세트를 제거하고 시료채취 여과지와 공시료를 각각 비이커에 옮긴다.  
 ※ As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 증기를 정확히 분석하고자 할 때에는 다른 방법(NIOSH Method 7901)을 이용해야 한다.
- ② 비이커에 회화용액 5 ml를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 가열판에서 140 °C로 가열하여 투명해질 때까지 가열한다.
- ③ 질산 1 ml 또는 70 %의 과염소산 1 ml를 시료가 투명해질 때까지 조금씩 첨가하며 회화한다.
- ④ 시계접시를 제거하고 140 °C로 가열하여 SO<sub>3</sub>를 날려보낸다.
- ⑤ 시료를 식히고, 25 ml 용량플라스크로 옮긴 후 증류수로 25 ml가 되게 한다.

(다) 검량선 작성 및 분석

- ① 100 ml의 용량플라스크에 증류수와 황산 4 ml를 넣은 후, 분석기기(AAS-Cold vapor system)의 최적 범위 내에서 표준농도를 제조한다. 분석범위는 0.2 - 0.8 ug As/100ml(0.05 - 2ug As/시료)이다.
- ② 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 한번 작성한 검량선에 따라 보통 10개의 시료를 분석한 다음, 다시 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인한다. 만일 재현성이 나쁠 경우 검량선을 다시 작성하여 분석한다.

(라) 회수율 시험

- ① 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
- ② 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개씩 떨어뜨린다.  
 \* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
- ③ 하룻밤 정도 방치한 후 나.의 시료제조과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여 다음과 같이 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

(라) 분석

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

AAS-Cold vapor system 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

\* 기기 조건

- 파장 : 193.7nm

\* 기기 제작회사마다 cold vapor system의 작동원리가 차이가 있을 수 있으므로 주의 할 것.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 회석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 회석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7900. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-120
---------

## 삼수소화비소

1. 물질명 : 삼수소화비소(Arsine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	삼수소화비소
화학식	AsH <sub>3</sub>
CAS No.	7784-42-1
분자량	77.95
비중(20℃)	3.484 g/L(가스)
끓는점(℃)	- 62.5
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	0.05	0.2	0.05	0.16	0.05	0.2
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) (3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 ℓ/min (4) 총량 : 최소 - 0.1 ℓ (0.05 ppm) 최대 - 10 ℓ  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 25 °C에서 6일 정도  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 원자흡광도광도를 이용하여 분석 (2) 기기 : AAS-Graphite furnace  2. 전처리 : 0.01M HNO <sub>3</sub> 1 ml를 넣고 초음파 욕조에서 30분간 초음파 처리  3. 검량선 : 0.004 - 0.3 μg/시료  4. 정 도 : (1) 범 위 : 0.001 - 0.01 mg/m <sup>3</sup> (2) 정밀도 : 0.060  5. 검출한계 : 0.004 μg/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 추출한 다음 시료용액을 조제하여 AAS-Graphite furnace을 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.2 ℓ/min
- (다) 원자흡광도계(AAS-Graphite furnace)
- (라) 초자기구
  - ① 용량플라스크 : 100, 1,000 ml
  - ② 마이크로 피펫 : 5 - 500 μℓ

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (마) 원심분리용기 : 10 - 15 ml
- (바) 초음파 욕조
- (사) 원심분리기
- (아) 마이크로 주사기 : 1 - 100  $\mu$ l

### (3) 시약

- (가) 증류수
- (나) 질산(특급)
- (다) 0.01M 질산 : 1 L의 용량플라스크에 증류수를 넣고 질산 0.4 ml를 넣어 증류수로 맞춤.
- (라) 0.1M 질산 : 1 L의 용량플라스크에 증류수를 넣고 질산 4 ml를 넣어 증류수로 맞춤.
- (마) 비소 표준용액(1,000  $\mu$ g As(III)/ml) :  $As_2O_3$  1.322 g을 0.1M 질산이 들어있는 1 L의 용량플라스크에 넣고 녹임.  
  - ※ 시판되고 있는 용액을 사용해도 됨.
- (바) Nickel nitrate 용액(1,000  $\mu$ g Ni/ml) :  $Ni(NO_3)_2$  3.112 g을 0.1M 질산이 들어있는 1 L의 용량플라스크에 넣고 녹임.  
  - ※ 시판되고 있는 용액을 사용해도 됨.
- (사) 아르곤
- (아) Arsine, 99% 또는 질소에 혼합되어 있는 가스

### (4) 시료채취

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 0.001 - 0.2 l/분의 유량으로 0.1 - 10 L 정도 시료채취를 한다.
- (라) 시료의 뚜껑을 닫고 시료가 누출되지 않도록 운반한다.

### (5) 분석과정

- (가) 시료 전처리
  - ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 분리하여 원심분리 튜브에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼은 버린다.
  - ② 각각의 튜브에 0.01M 질산 1ml를 넣고 뚜껑을 닫는다.
  - ③ 초음파 욕조에서 30분간 가볍게 흔들어준다.
  - ④ 시료를 원심분리 시킨다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도 0.004 - 0.3  $\mu\text{g}/\text{시료}$ 의 범위에서 적어도 6개의 표준시료를 만들어 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 시료와 함께 공시료도 0.01M 질산 1 ml를 넣고 초음파 욕조에서 30분간 처리한 후 원심분리 시켜 만든다.
  - ㉡ 분석할 때 시료와 공시료를 함께 분석한다. 실험시 기기의 재현성을 확인하기 위하여 5개 시료를 분석한 후 표준용액을 이용하여 기기의 재현성을 확인한다.
- ② 회수율 시험
  - ㉠ 회수율 시험을 위한 농도(0.004 - 2  $\mu\text{g}/\text{시료}$ )를 결정한다.
  - ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 흡착튜브에 각 수준별로 5개씩 주입한다.
    - ㉢ 흡착제의 뒤 층을 제거한다.
    - ㉣ 일정양의 비소가스를 흡착제 앞 층에 마이크로 주시기를 이용해 주입한다.
    - ㉤ 뚜껑을 닫고, 하룻밤 정도 방치한다.
    - ㉥ 시료와 동일한 방법으로 전처리한다.
    - ㉦ 시료와 함께 분석하여 회수율을 구한다.

$$\text{회수율} = \text{분석량} / \text{주입량}$$

(다) 분석

- ① AAS-Graphite furnace은 기기제조회사에서 추천하는 방법을 숙지하고 사용하도록 한다.
- ② 분석프로그램을 시작하기 전에 nickel nitrate 용액 50  $\mu\text{l}$ 를 넣고 시료 또는 표준용액 50  $\mu\text{l}$ 를 넣어 분석하라.

(라) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 회석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 회석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6001. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-121
---------

아닐린, o-톨리딘, 니트로벤젠

1. 물질명 : 아닐린(Aniline), o-톨리딘(o-Toluidine), 니트로벤젠(Nitrobenzene)

2. 물리·화학적 특성

구 분	아닐린	o-톨루딘	니트로벤젠
화학식	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> N	C <sub>7</sub> H <sub>9</sub> N	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> NO <sub>2</sub>
CAS No.	62-53-3	95-53-4	98-95-3
분자량	93.13	107.2	123.1
비중(20 ℃)	-	-	-
녹는점(℃)	184	201	211.0
증기압(mmHg, 20 ℃)	0.3	0.32	0.28

3. 노출기준

물 질 명	구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
아닐린	TWA	2	10	2(A3)	7.6(A3)	5	19
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
o-톨리딘	TWA	2(A2)	9(A2)	2(A3)	8.8(A3)	5	22
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
니트로벤젠	TWA	1	5	1(A3)	5(A3)	1	5
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 + 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : Filter(황산으로 처리한 glass filter) + 실리카겔 튜브, 520/260mg (3) 시료채취 유량: 0.2 l/min (4) 총량 : 최소- 5 l 최대- 50 l  2. 운반 : 일반적인 운반 방법  3. 시료의 안정성 : 아닐린, o-톨리딘 7일 (5 ℃), 니트로벤젠 60일  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : 가스크로마토그래프로 분석 (2) 기기 : FID 검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법: 에탄올 2 ml를 넣고 60 분간 초음파 처리  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 표1 참조 (2) 정 밀 도 : 표1 참조  5. 검출한계 : 표1 참조

표 1. 대상물질의 분석 화학적 지수

대상물질	1 ppm=mg/m <sup>3</sup> @NTP	범위(μg/시료)	LOD(μg/시료)	정밀도
아닐린	3.87	31 - 255	4	0.016
o-톨리딘	4.46	30 - 252	3	0.015
니트로벤젠	5.12	27 - 460	1	0.033

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

**(1) 원리**

작업환경중의 분석대상 물질을 유리섬유여과지와 실리카겔로 채취하여 탈착용액으로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피(GC)에 주입하여 정량한다.

**(2) 기구**

- (가) 채취기 : 0.26 N 황산으로 처리된 Glass filter(5- $\mu$ m, 37-mm), 실리카겔 튜브(520/260mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.2  $\ell$ /min의 저유량 펌프
- (다) GC : FID검출기가 장착된 가스크로마토그래피
- (라) 초음파 욕조(세척기)
- (마) 바이엘 및 뚜껑 : 4 ml
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l 또는 다른 종류(눈금이 0.1  $\mu$ l인 것)
- (사) 용량플라스크
- (아) 피펫

**(3) 시약**

- (가) 아닐린(특급)
- (나) o-톨리딘(특급)
- (다) 니트로벤젠(특급)
- (라) 에탄올(크로마토그래피 급)
- (마) 황산(특급), 0.26N 황산; 증류수가 들어있는 200 ml의 용량플라스크에 36N 황산 1.5 ml 넣어 증류수로 맞춤
- (바) 아닐린 표준용액(102.2 mg/ml) 제조 : 에탄올이 들어있는 10 ml 용량플라스크에 아닐린 1 ml를 넣고 에탄올로 맞춤
- (사) o-톨리딘 표준용액(100.6 mg/ml) 제조 : 에탄올이 들어있는 10 ml 용량플라스크에 o-톨리딘 1 ml를 넣고 에탄올로 맞춤
- (아) 니트로벤젠 표준용액(120.3 mg/ml) 제조 : 에탄올이 들어있는 10 ml 용량플라스크에 니트로벤젠 1 ml를 넣고 에탄올로 맞춤
- (자) 헬륨
- (차) 수소
- (카) 공기

**(4) 채취 및 처리**

## (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 0.2 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 5 - 50 l 정도 되도록 한다.  
※ 실리카겔의 경우 높은 습도에 대한 시료채취유량을 고려해야 한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 각각 카세트와 실리카겔 튜브를 마개로 막아 운반한다.

## (나) 시료의 전처리

- ① 4 ml 바이엘에 실리카겔 앞 층과 뒤 층을 분리하여 넣는다. 그리고 glass filter를 카세트로부터 꺼내어 4 ml 바이엘에 담는다.
- ② 각 vial에 탈착액(에탄올) 2.0 ml을 넣고 60분간 초음파 처리한다.
- ③ 탈착액 1.0 ml를 GC용 바이엘에 넣는다.

## (5) 분석과정

## (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 표준저장용액을 희석하여 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다. 표준용액은 매일매일 조제하여 사용해야 한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 시료농도가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 glass filter와 실리카겔 튜브에 대상물질을 주입하여 탈착효율(DE)을 구한다.  
㉠ 6개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.  
㉡ 황산으로 처리된 glass filter와 실리카겔 튜브에 대상물질의 표준저장용액을 미량 주사기를 이용하여 정확히 필터에 주입한다.  
㉢ 카세트와 실리카겔의 뚜껑을 닫고 하룻밤 동안 저장한다.  
㉣ 표준용액과 공시료, 평가대상 시료 그리고 탈착효율 검정시료를 함께 분석한다.  
㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량/주입량}$$

## (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu$ l
  - ㉡ 이동상 : 헬륨

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉔ 유량 : 2.4 ml/min
- ㉕ 칼럼 (Column) : capillary column, 30 m x 0.32-mm ID, 1- $\mu$ m film,(Rtx-5 or equivalent)
- ㉖ 검출기 : 불꽃이온화검출기(FID)

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 칼럼 제조회사의 카탈로그를 찾아보아 위 칼럼과 동등한 성질의 칼럼을 사용하면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)
- W : 시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)
- B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu$ g)
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- DE : 탈착효율

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2002. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 2017. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-122
---------

## 안티몬과 그 화합물

1. 물질명 : 안티몬 그 무기화합물

2. 물리·화학적 특성

구 분	안티몬
화학식	Sb
CAS No.	7440-36-0
분자량	121.75
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	-	0.5	-	0.5	-	0.5
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 (2) 기구 및 채취제 : 막여과지 (0.8- $\mu$ m, cellulose ester membrane) (3) 시료채취 유량 : 1 - 4 $\ell$ /min  2. 운반 : 일반적인 방법  3. 시료의 안정성 : 냉장보관시 안정함  4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : AAS를 이용하여 원자흡광도측정 (2) 기기 : AAS  2. 전처리 (1) 회화용액 : 질산 2 ml, 염산 2 ml (2) 전처리 : 상기용액을 각각 2 ml 넣어 처리한 후, 140 $^{\circ}$ C에서 회화한 후 10% Tartaric acid 2.5 ml 첨가  3. 검량선 :  4. 정밀도 : 0.059(0.26 - 1.1 $\text{mg}/\text{m}^3$ )  5. 검출한계 : 0.5 $\mu\text{g}/\text{시료}$

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 회화시킨 다음 시료 용액을 조제하여 AAS를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu$ m cellulose ester membrane)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 L/min
- (다) 원자흡광과도계(AAS)
- (라) 초자기구
  - ① 비이커 및 시계접시 : 100 ml
  - ② 용량플라스크 : 25, 100 ml

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

③ 피펫 : 1, 2, 5, 10 ml

④ 미량 주사기(Microliter syringes) : 10, 100  $\mu$ l

(마) 가열판

### (3) 시약

(가) 질산(특급)

(나) 염산(특급), 물과 1:1로 섞은 염산 그리고 0.1N 염산

(다) 10% Tartrated acid

(라) 증류수

(마) 안티몬 표준원액(1000  $\mu$ g/ml): 상업적으로 구입가능

### (4) 시료채취

(가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).

(나) 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.

(다) 1 - 4  $l$ /분의 유량으로 시료채취를 한다. 추천유량은 1.5  $l$ /분을 권한다.

### (5) 분석과정

(가) 시료이동

① 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동시킨다.

② 공시료 : 시료를 채취하지 않은 필터를 공시료로 한다.

(나) 전처리

① 카세트를 제거하고 시료채취 여과지와 공시료를 각각 비이커에 옮긴다.

② 비이커에 질산 2 ml를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 가열판에서 140  $^{\circ}$ C로 가열하여 회화한다. 질산이 0.5 ml 남았을 때 다시 질산 2 ml를 넣고 회화한다.

③ 비이커에 6N 염산 2 ml 넣고 가열하여 0.5 ml가 남았을 때 다시 한번 염산 2 ml 넣고 회화한다.

④ 비이커를 식힌 후, 10% Tartrated acid 2.5 ml를 넣고 증류수 5 ml를 넣는다.

⑤ 비이커에 있는 시료를 3회 정도 증류수로 씻어 25 ml 용량플라스크로 옮긴 후 증류수로 25 ml가 되게 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(다) 검량선 작성 및 분석

- ① 25 ml 용량플라스크에 안티몬 표준원액 적당량을 취해 넣고, 10% Tartrated acid 2.5 ml를 가한 다음 0.1 N 염산으로 최종부피가 25 ml가 되게 한다. 표준용액의 농도범위는 20 - 1,000 ug Sb/25 ml에서 최소한 6개의 표준용액을 조제한다.
- ② 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 한번 작성한 검량선에 따라 보통 10개의 시료를 분석한 다음, 다시 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인한다. 만일 재현성이 나쁠 경우 검량선을 다시 작성하여 분석한다.

(라) 회수율 시험

- ① 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
- ② 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개씩 떨어뜨린다.  
\* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
- ③ 하룻밤 정도 방치한 후 나.항의 시료제조과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여

다음과 같이 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

(마) 분석

AAS 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.  
\* 기기 조건 : air-acetylene flame  
- 파장 : 217.6nm

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.



KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 회석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 회석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): S2. In NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd Ed. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 1977.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-123
---------

산화에틸렌

1. 물질명 : 산화에틸렌(Ethylene oxide)

2. 물리·화학적 특성

구 분	산화에틸렌
화학식	CH <sub>2</sub> (O)CH <sub>2</sub>
CAS No.	75-21-8
분자량	44.05
비중(20 °C)	0.8694
끓는점(°C)	10.7
증기압(mmHg, 20 °C)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	1(A2)	2(A2)	1(A2)	1.8(A2)	1 Ca	-
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	5 Ca	-

Ca : Carcinogen (29CFR 1910.1047(a))

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 11
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : HBr-coated petroleum charcoal(100mg/50mg) (3) 시료채취 유량: 0.05 - 0.15 ℓ/min (4) 총량 : 최소- 1 ℓ @ 5ppm 최대- 24 ℓ  2. 운반 : 일반적인 운반방법  3. 시료의 안정성 : 25 ℃의 어두운 곳에서 17일간 보관하였을 회수율은 90%)  4. 공시료 : 시료 셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 ECD로 검출 (2) 기기 : ECD검출기가 부착된 GC  2. 탈착 (1) 방법: 2-demethylformamide 1 ml를 넣고 5 분간 방치 (2) 효율: 0.75 - 1.003  3. 검량선 : 0.04 - 0.98 ppm  4. 정 도 : (1) 범 위 : 2 - 42 μg/시료 (2) 정 밀 도 : 0.020(at 18-71 μg/시료)  5. 검출한계 : 1 μg/시료

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 HBr-coated petroleum charcoal로 채취하여 탈착용매로 탈착시킨 후 일정량을 가스크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

### (2) 기구

- (가) 채취기 : HBr-coated petroleum charcoal(100mg/50mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.05 - 0.2 ℓ/min의 저유량 펌프
- (다) GC : ECD 검출기가 장착된 가스크로마토그래피
- (라) 뷰렛 : 50 ml(표시눈금 - 0.1 ml)
- (마) 100 ml 둥근 플라스크 : 응축장치와 연결할 수 있도록 갈려있을 것

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

- (바) 응축장치 : 둥근 플라스크와 연결되도록 갈려 있을 것
- (사) 가열용 멘탈 : 둥근 플라스크를 가열 할 수 있도록 둥근 모양
- (아) 유리로 된 100 ml 실린더 : 잘 밀봉할 수 있는 마개가 필요함
- (자) 바이얼(PTFE 뚜껑) : 5 ml
- (차) 피펫 : 2 - 500  $\mu$ l, 1, 2, 4, 그리고 40 ml
- (카) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ l
- (타) 플라스크 : 125 ml
- (파) 증기발생기
- (하) 흡후드

### (3) 시약

- (가) *N,N*-Dimethylformamide(DMF): 고순도
  - (나) Isooctane(2,2,4-trimethylpentane): 시약등급
  - (다) 벤젠(Benzene): 시약등급
  - (라) *N*-Heptafluorobutyrylimidazole(HFBI;*N*-heptafluorobutanoylimidazole)
  - (마) 증류수
  - (바) 2-Bromoethanol(2FrEt), 95 - 98%
  - (사) Sodium hydroxide(NaOH): 시약등급
  - (아) Potassium hydrogen phthalate(KHP), 90°C에서 건조
  - (자) conc HCl: 시약등급
  - (차) Pyridine: 시약등급
  - (카) Phenolphthalein, 1%(W/V) - 에탄올 또는 메탄올에 희석
  - (타) Hydrobromic acid(HBr), 48%: 시약등급
  - (파) Petroleum based charcoal(S.K.C Lot 208 또는 동등 성능)
  - (하) Ethylene oxide(RtO) : 99.7 %(액체 또는 가스)
- 3.15 0.5N NaOH : 증류수가 들어있는 1L의 용량플라스크에 NaOH 20g을 넣어 녹인 후, 증류수로 맞춤.
- 3.16 Pyridine으로 만든 0.2N HCl : Pyridine이 들어있는 500 ml 용량플라스크에 HCl 8.5 ml를 넣은 후 Pyridine으로 맞춤.
- 3.17 Isooctane에 녹아있는 2% HFBI : Isooctane이 들어있는 100 ml 용량플라스크에 HFBI 2 ml를 넣은 후 Isooctane으로 맞춤. 냉장보관 할 것
- 3.18 5% Methane를 함유한 아르곤 가스
- 3.19 Ethylene oxide 표준용액 40  $\mu$ g/ml : 눈금실린더에 벤젠 85 ml를 넣은 후, 벤젠용액

속에 Ethylene oxide 가스를 넣어 4 ml가 증가할 때까지 주입한다. 이때 총 양은 89 ml가 된다. 액체의 경우 4 ml를 벤젠 85 ml에 피펫으로 넣으면 된다. 마개를 막고 냉장보관 할 것

#### (4) 채취 및 처리

##### (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 0.05 - 0.15 l/분에서 정확한 유량으로 시료를 채취하여 총 시료 채취유량이 1 - 24 l 정도 되도록 한다.
- ③ 시료채취가 끝나면 마개로 막고 안전하게 포장하여 운반한다.

##### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착제의 앞 층과 앞 층의 유리섬유를 함께 2 ml 바이얼에 옮겨 담는다. 중간 유리 섬유와 뒤 층의 흡착제를 다른 바이얼에 담는다.
- ② 각 바이얼에 1.0 ml의 DMF를 넣고 10초 이상 흔들여 준 후, 5분 이상 방치한다.
- ③ DMF용액 20  $\mu$ l를 취하여 Isooctane으로 희석한 2% HFBI 2.0 ml가 들어있는 5 ml 바이얼에 넣고 마개를 닫는다.
- ④ 1분간 흔들여 준 후 상온에서 적어도 5분간 방치한다..
- ⑤ 2 ml의 깨끗한 물을 넣고 1분간 흔들여서 완전한 가수분해가 되도록 한다.
- ⑥ 바이얼 상층에 있는 isooctane을 적어도 1 ml 취하여 다른 2 ml 바이엘로 옮겨 담는다.

#### (5) 분석과정

##### (가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(1 - 42  $\mu$ g/시료)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 표준저장용액을 희석 하여 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 탈착효율(DE)을 구한다. 필터 배취당 최소한 일년에 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 4개씩과 공시료 3개를 준비한다. 다음은 그 예이다.
  - ㉠ 2-BrEt(d=1.763 g/ml) 1 ml를 취하여 10 ml 용량플라스크에 넣은 후, DMF로 채운다. 이것을 “표준용액 A”라 한다.
  - ㉡ “표준용액 A” 3 ml를 취하여 25 ml 용량플라스크에 넣은 후 DMF로 채운다. 이를 “표준용액 B”라 한다.
  - ㉢ “표준용액 B”를 1 ml 취하여 10 ml 용량플라스크에 넣은 후 DMF로 채운다. 이를 “표준용액 C”라 한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

※ 2-BrEt(MW=124.8)의 순도는 95%이며, 이때 EtO(MW=44.05)는 양은 아래와 같다.

$$\begin{array}{rcccl} & 1.763\text{g 2-BrEt} & 44.05 & & \\ & \text{표} & \text{준} & \text{용} & \text{액} \\ A = \square \times 0.95 \times \square\square\square\square\square\square\square\square\square & & & & \\ \square\square\square\square\square \times 10^6 \mu\text{g} = 59,036 \mu\text{g EtO/ml} & & & & \\ & 10 \text{ ml} & 124.97 & & \end{array}$$

$$\begin{array}{rcccl} & & 59,036 & & \\ & \text{표준용액 B} & = & 3 \text{ ml} & \times \\ \square & & & & \\ & 25 \text{ ml} & & & = 7,084 \mu\text{g EtO/ml} \end{array}$$

$$\begin{array}{rcccl} & & 7,084 & & \\ & \text{표준용액 C} & = & 1 \text{ ml} & \times \\ \square & & & & \\ & 10 \text{ ml} & & & = 708.4 \mu\text{g EtO/ml} \end{array}$$

㉔ DMF 1 ml 용액을 바이얼에 넣고 표준용액 B와 C를 이용하여 다음과 같이 표준용액을 만든다.

표준용액	주입량(표준용액)	최종 EtO 농도( $\mu\text{g EtO/ml}$ )
D	2.5 $\mu\text{l}$ (C)	1.77
E	5.0 $\mu\text{l}$ (C)	3.54
F	10.0 $\mu\text{l}$ (C)	7.08
G	2.5 $\mu\text{l}$ (B)	17.7
H	3.5 $\mu\text{l}$ (B)	24.8
I	5.0 $\mu\text{l}$ (B)	35.4
J	6.0 $\mu\text{l}$ (B)	42.5

- ㉕ 표준용액과 시료 그리고 공시료를 함께 분석한다.
- ㉖ 탈착율은 활성탄관에 시료농도의 범위에서 다음과 같이 만든다. 이때 3개 농도로 만들고 각 농도는 3개 이상의 시료를 만든다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉠ 활성탄관의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 미량주사기를 이용하여 EtO 표준용액 2 -15  $\mu\text{l}$ 를 활성탄관에 주입한다.
- ㉢ 마개를 닫고 보관한다(overnight).
- ㉣ 시료와 동일한 방법으로 탈착하고 표준용액, 시료, 공시료와 함께 분석한다.
- ㉤ 표준용액과 시료 그리고 공시료를 함께 분석한다.
- ㉥ 탈착효율은 다음과 같이 구한다  
탈착효율 = 검출량/주입량

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B}{V \times DE}$$

- C : 분석 물질의 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )
- W : 시료에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )
- B : 공시료에 존재하는 양 ( $\mu\text{g}$ )
- V : 채취 공기량( $\ell$ )
- DE : 탈착효율

## 참고문헌

1. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1614. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.
2. National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 3702. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-124
---------

## 오 존

1. 물질명 : 오존

2. 물리·화학적 특성

구 분	오 존
화학식	O <sub>3</sub>
CAS No.	10028-15-6
분자량	48.0
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)		
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	
TWA	0.1	0.2	0.05(A4)	중작업	0.1(A4)	0.1	0.2
			0.08(A4)	중등작업	0.16(A4)		
			0.10(A4)	경작업	0.2(A4)		
			0.20(A4)	2시간 미만의 중, 중등, 경작업	0.4(A4)		
STEL/Ceiling(C)	0.3	0.6	-	-	-	-	



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

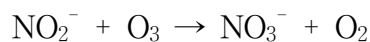
#### 4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취법 (2) 기구 및 채취제 : 산화제 튜브+ 2장 의 코팅된 유리섬유여과지+2단 카세트 (3) 시료채취 유량 : 0.25 - 0.5 l/min (4) 최대유량 : 90 l  2. 운반 : 밀봉용기로 옮겨 담아 운반  3. 시료의 안정성 : 실온에서 한 달간 안정  4. 공시료 : 시료 셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요  5. 시료채취 및 분석의 오차 : 0.07	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : IC를 이용하여 분리한 후 검출 (2) 기기 : IC/UV-VIS 또는 conductivity detector  2. 전처리 : 증류수 5 ml  3. 검량선 : 0.5 - 10.0 µg/ml NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  4. 정밀도 : 0.045  5. 검출한계 : 0.03 ppm  6. 적용 : 0.1 ppm의 시간가중 노출평균을 평가하기 위한 측정방법으로 적합.  7. 방해작용 : SO <sub>2</sub> 가스와 수용성 입자상 질소화합물은 코팅 처리된 필터에 동시에 채취되기 때문에 방해작용을 할 수 있음

##### (1) 원리

작업환경중의 오존을 아질산염(Nitrite) 등이 코팅된 여과지를 통과시켜 아래 화학반응을 유도시켜 생성된 질산염(Nitrate)을 IC/UV-VIS 또는 IC/Conductivity Detector를 이용하여 정량하여 오존을 측정한다.



##### (2) 기구

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(가) 채취기 : 산화제 튜브(chromated impregnated material)+ 코팅 처리된 2장의 glass fiber filters(IGFF, 37-mm)+ 37-mm polystyrene 2단 카세트(그림 참조)

- ① 코팅처리에 앞서 유리섬유 여과지에 묻어 있는 수용성 질산염 화합물(soluble nitrate compounds) 등을 제거하기 위해 증류수로 깨끗이 세척하는 과정이 필요하다.
- ㉠ 깨끗이 세척된 1ℓ 또는 2ℓ의 비이커에 약 100장의 유리섬유여과지를 핀셋을 사용하여 넣고, 약 400 ~ 500 ml의 증류수를 넣는다.
- ㉡ 증류수를 버리고 다시 400 ~ 500 ml의 증류수를 넣는다.
- ㉢ 증류수를 버리고 100 ℃ 오븐에서 약 60분간 말려 완전히 수분을 제거한다.
- ② 코팅용액 조제 : 0.3 g의 NaNO<sub>2</sub>, 0.28 g의 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 그리고 1 ml의 Glycerol에 증류수를 가해 100 ml가 되게 한다.
- ③ 10 ml 비이커나 25ml 삼각플라스크 위에 여과지를 올려놓고 코팅용액 0.4 ml를 천천히 첨가하여 필터를 완전히 침습 시키도록 한다.
- ④ 필터가 올려진 비이커나 삼각플라스크를 조심스럽게 오븐으로 옮기고 100℃에서 약 30분 동안 건조시킨다.
- ⑤ 오븐에서 필터가 올려진 비이커나 삼각 플라스크를 꺼내 실온으로 냉각시킨다.
- ⑥ 실온으로 냉각된 필터 2장을 즉시 깨끗한 2단 카세트에 넣고(유리섬유의 거친 표면이 시료채취 되는 쪽에 위치) 마개를 막아야 하며, 또한 셀룰로즈 밴드 등을 이용하여 카세트를 밴딩처리 한다.
- ※ 주의: 코팅된 필터가 실온까지 냉각된 후 방치되는 일이 없도록 해야 한다.
- 실험실 내의 오존과 반응함.
- ⑦ 위의 과정을 거쳐 만든 시료채취기는 최소한 28일간은 안정하다.

(나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.5 L/min(180분 이상 시료채취 가능할 것)

(다) 이온크로마토그래피(Ion Chromatography, IC), UV Detector 또는 Conductivity Detector

(라) IC용 바이알

(마) 칼럼 : anion 칼럼(Separator-AS9, Guard-AG9, Dionex)

(바) 핀셋

(사) 비이커 : 10 - 50 ml

(아) 오븐, 0 ~ 200 ℃

(자) Syringe prefilters : 공극 0.5 μm 크기

(차) 각종 초자류 : 피펫, 용량플라스크, 삼각플라스크, 비이커 등

(카) 완충액 조제용 장비 : 진공펌프, 초음파 욕조

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (타) 전자저울 : 0.01 mg
- (파) 갈색 20 ml 바이알(햇빛을 차단할 수 있는)

### (3) 시약

- (가) Sodium carbonate( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), 99 %
- (나) Sodium bicarbonate( $\text{NaHCO}_3$ ), 99 %
- (다) Sodium nitrate( $\text{NaNO}_3$ ), 99.9 %
- (라) 증류수
- (마) Nitrate( $\text{NO}_3^-$ ) 표준시약, 1,000  $\mu\text{g}/\text{ml}$  :  
증류수 1 L에  $\text{NaNO}_3$  1.3710 g을 녹인다.
- (바) 이동상(1.0mM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  + 1.0 mM  $\text{NaHCO}_3$ ) :  
증류수 1L에  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.424 g과  $\text{NaHCO}_3$  0.336 g을 녹여 만든다. 완전히 녹은 이동상은 15분 정도 초음파 처리를 해주거나 진공펌프를 이용해서 가스를 제거해 줄 것.

### (4) 시료채취

- (가) 시료채취기 조제과정에서 만든 코팅된 유리섬유여과지가 들어 있는 2단 카세트의 상부 마개를 열고 산화튜브를 유연성 튜브를 이용하여 연결 한 다음, 다시 2단 카세트의 하부 마개를 열고 유연성 튜브를 이용하여 펌프와 연결시킨다.  
※  $\text{SO}_2$ 가 있는 곳에서 오존을 채취할 할 때에는 필히 산화튜브를 장착하여 사용해야 한다.
- (나) 시료채취 펌프를 보정한다.
- (다) 0.5 l/분의 유량으로 최대 180분 정도 시료채취를 한다. 장시간 시료를 채취할 경우에는 0.25 l/분으로 480분 정도 시료를 채취할 수 있다.
- (라) 시료와 공시료는 공기가 통하지 않도록 밀봉하여 가능한 빨리 실험실로 운반한다.

### (5) 분석과정

- (가) 전처리
  - ① 카세트에서 필터를 핀셋으로 꺼내어 갈색 20 ml 바이알에 각각 넣는다.
  - ② 바이알에 5 ml의 증류수를 넣고 뚜껑을 닫는다.
  - ③ 시료를 약 15분 정도 놓아두며 가끔씩 흔들어 준다.
  - ④ 시료에 먼지나 불순물이 있을 때에는 Syringe prefilters를 이용하여 제거한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(나) 검량선 작성

- ① 10 ml의 용량플라스크에 표준 Nitrate(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) 표준용액과 이동상을 사용하여 적정 농도의 표준용액을 최소 5개 이상 조제한다.
- ② 시료와 공시료를 함께 분석한다.

(다) 분석

- ① IC 기기제조회사에서 추천하는 방법을 숙지하고 사용하도록 한다.
- ② IC/UV 검출기의 분석조건
  - 완충액 : 1.0mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 1.0 mM NaHCO<sub>3</sub>
  - Anion pre column : AG9
  - Anion Separator column : AS9
  - 칼럼 온도 : 실온(ambient)
  - 유량 : 2.0 ml/min
  - 주입량 : 50 μl
  - UV 검출기 : 200 nm

(6) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$A_s = (\mu\text{g NO}_3^-/\text{ml})_s \times (\text{Sol Vol})_s \times (\text{CF})$$

$$A_b = (\mu\text{g NO}_3^-/\text{ml})_b \times (\text{Sol Vol})_b \times (\text{CF})$$

$$A = A_s - A_b$$

$$\text{O}_3(\text{ppm}) = \frac{A \times (\text{Mol Vol})}{V \times (\text{Mol Wt})}$$

A<sub>s</sub> : 시료의 O<sub>3</sub> 양(μg)

A<sub>b</sub> : 공시료에서의 O<sub>3</sub> 양(μg)

A : 시료에서 공시료를 제외한 O<sub>3</sub> 양(μg)

(μg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/ml)<sub>s</sub> : 시료의 분석물질의 양

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

$(\mu\text{g NO}_3^-/\text{ml})_b$  : 공시료의 분석물질의 양  
 $(\text{Sol Vol})_s$  : 시료의 최종용량( 5 ml)  
 $(\text{Sol Vol})_b$  : 공시료의 최종용량( 5 ml)  
 CF : 전환계수 =  $\text{O}_3/\text{NO}_3^- = 0.7742$   
 Mol Vol : 24.45 l / 1 mol (at 25 °C)  
 V : 시료채취 공기량(L)  
 Mol Wt :  $\text{O}_3$ 의 분자량 = 47.991(g/mol)

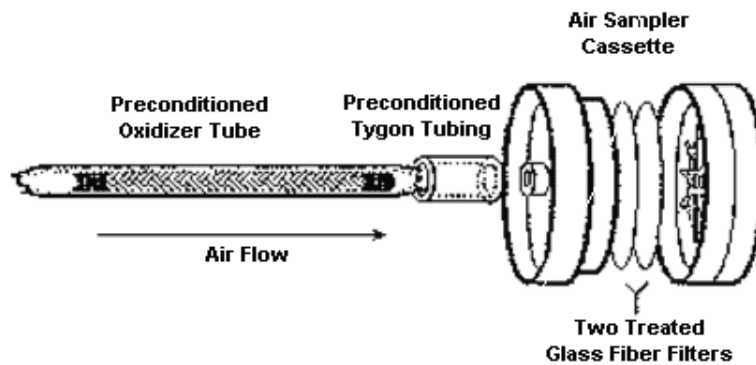


그림. 오존 시료채취기 조립 모습

### 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method ID-214. In *OSHA Analytical Methods Manual*. 2003. Available from <http://www.osha.gov/dts/sltc/index.html>

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-125
---------

## 유기주석

1. 물질명 : 유기주석(Organotin)

2. 물리·화학적 특성

물 질 명	화학식	CAS No.	분자량	주석함량(%)
Dibutyltin bis(isooctyl mercaptoacetate)-BullOMA	C <sub>28</sub> H <sub>56</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub> Sn	25168-24-5	639.57	18.6
Tetrabutyltin(TeBT)	C <sub>16</sub> H <sub>36</sub> Sn	1461-25-2	347.16	34.2
Tributyltin chloride (TBTC)	C <sub>12</sub> H <sub>27</sub> ClSn	1461-22-9	325.49	36.5
Trichlorohexyltin hydroxide(TCHH)	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> OSn	13121-70-55	385.16	30.8

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
주석 (유기화합물)	TWA	-	0.1	-	0.1(A4)	-	0.1
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	0.2(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 고성능액체크로마토그래피/원자흡광광도계법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 여과채취 및 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 여과지(Glass fiber filter)+흡착튜브(XAD-2, 80/40mg) (3) 시료채취 유량 : 1 - 1.5 ℓ/min (4) 총량 : 최소 - 50 ℓ 최대 - 500 ℓ  2. 운반 : 드라이아이스에 넣어 운반  3. 시료의 안정성 : 0℃에서 7일간 안정  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 - 10개의 현장 공시료 필요	1. 기기 : HPLC/ AAS(graphite furnace)  2. 전처리 0.1%(v/v)의 acetic acid가 첨가된 acetonitrile 10 ml를 넣고 30분간 초음파 처리  3. 분리 : HPLC(Cation exchange)  4. Graphite furnace : 80 ℃에서 30초간 건조, 2750 ℃에서 5초간 원자화  5. 검량선 : 0.07 - 0.2 mg/m <sup>3</sup>  6. 정 도 (1) 범 위 : 5 - 50 μg/시료 (2) 정밀도 : 0.07 - 0.08  7. 검출한계 : 1 μg/시료

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지와 고체흡착제를 서로 연결하여 시료를 채취하고 시료를 전처리 하여 시료용액을 조제한 후, HPLC와 AAS(graphite furnace)를 이용하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 채취기 : 고체흡착튜브(XAD-2, 80mg/40mg, SKC 226-30)+ 유리섬유여과지(glass fiber filter, Gelman Type AE 또는 동등 성능필터)가 장착된 3단 카세트
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 1.5 L/min
- (다) HPLC/AAS(graphite furnace)
- (라) 초자기구
  - ① 비이커 : 125 ml
  - ② 용량플라스크 : 10, 100 ml
  - ③ 피펫 : 5 - 10 ml, 10 - 100  $\mu$ l
- (마) 초음파 수욕조
- (바) syringe : 20  $\mu$ l
- (사) 건조기 또는 회화로, 200 $^{\circ}$ C

(3) 시약

- (가) Zirconium acetate oxide: 시약등급
- (나) Ammonium acetate: 시약등급
- (다) Diammonium citrate: 시약등급
- (라) Acetonitrile: 크로마토그래피 등급
- (마) 증류수
- (바) Glacial acetic acid: 시약등급
- (사) 메탄올: 크로마토그래피 등급
- (아) 0.1%의 Acetic acid가 첨가된 acetonitrile
- (자) Acetate 완충용액(v/v) : 메탄올 70%, 증류수 27% 그리고 1 M ammonium acetate 3%를 혼합
- (차) Citrate 완충용액(v/v) : 0.2%(v/v) glacial acetic acid에 메탄올 70%, 증류수 26.8% 그리고 1 M 의 diammonium citrate 3%를 첨가하여 혼합
- (카) 유기주석 표준원액, 1000  $\mu$ g/ml(as Sn): acetonitrile:아세트산을 0.1%(v/v)로 만든 용액에 순수한 유기주석 화합물을 첨가하여 만든다.
- (타) 검량선 작성용 표준용액: 타. 의 표준원액을 적당량 취해 10 ml 용량플라스크에 넣은 후 acetonitrile:아세트산을 0.1%(v/v)로 만든 용액으로 부피 눈금까지 채워 만든다.

(4) 시료채취



- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 전에 XAD-2 흡착튜브의 양끝을 절단하여 재빨리 필터가 장착된 카세트와 유연성 튜브를 이용하여 연결한 후, 흡착튜브와 펌프를 다시 유연성 튜브를 이용하여 연결한다.
- (다) 1 - 1.5ℓ/분의 유량으로 50 - 500L 정도 시료채취를 한다.
- (라) 시료의 뚜껑을 닫고, 운반할 때에는 드라이아이스에 담아서 운반한다.
- ※ 시료는 0 ℃ 이하에서 보관하며 7일간 안정하다.

## (5) 분석과정

### (가) 전처리

- ① 카세트를 열고 시료와 공시료를 핀셋을 이용하여 125 ml 비이커에 넣는다.
- ② 흡착튜브(XAD-2)의 앞 층과 앞 층의 유리섬유를 두 번째 비이커에 담는다. 그리고 흡착튜브 뒤 층과 남아 있는 유리섬유를 모두 세 번째 비이커에 넣는다.
- ③ 각각의 비이커에 0.1%(v/v)의 acetic acid가 첨가된 acetonitrile 10 ml를 각각의 비이커에 넣고 플라스틱 필름(실링 필름)을 이용해 밀봉한다.
- ④ 초음파 욕조에서 30분 동안 탈착시킨다.

### (나) 검량선 작성과 정도관리

- ① 표준시료는 적어도 6개 이상을 만들어 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 시약. 카에서 설명한 대로 검량선 작성용 표준용액을 조제한다.
  - ㉡ 표준시료의 범위는 각 유기주석 물질에 따라 0.1 - 5 µg/ml 범위에서 만들어 사용하며, 분석시 표준시료, 시료 그리고 공시료를 함께 분석한다.
- ② 한번 작성한 검량선에 따라 보통 10개의 시료를 분석한 다음, 다시 분석기기 반응에 대한 일정성을 확인한다. 만일 반응이 일정하지 않을 경우 검량선을 다시 작성하고 이에 따라 시료를 분석한다.
- ③ 회수율 시험
  - ㉠ 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
  - ㉡ 다음 과정을 거쳐 회수율 검정용 시료를 3가지 농도 수준에서 각 수준별로 각각 3개씩 조제한다.
    - ① 흡착튜브의 뒤 층을 제거하고 각 유기주석 물질에 따라 일정량(2 - 20 µl)을 뒤층이 제거된 흡착튜브의 앞 층에 마이크로 주사기를 이용하여 주입한다. 여과지에도 동일한 양의 유기주석을 마이크로 주사기로 떨어뜨린다.

- ㉠ 튜브 및 여과지가 들어있는 카세트의 뚜껑을 닫고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉡ 현장시료와 동일한 방법으로 전처리 한다.
- \* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
- ㉢ 표준용액, 공시료 및 현장시료와 함께 분석하여 다음과 같이 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

## (다) 분석

- ① AAS-graphite furnace는 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시킨다.
  - 80 °C에서 30초간 건조한 후, 2750 °C에서 5초간 원자화시킨다. 시료주입, 건조 그리고 분석까지의 시간이 60초 내에서 이루어지도록 한다(gas interrupt mode).
  - Zr-coated graphite furnace tube( Zr-coated graphite furnace tube platform 필요 할수도 있음)
  - ※ 조제방법
    - Pyrolytic graphite tube와 platform을 4.5%(w/v)zirconium acetate oxide 용액에 하룻밤 정도 넣어둔 후, 200°C의 건조기(muffle furnace)에서 2시가 건조시켜 만든다.
    - Pyrolytic zirconium-coated graphite furnace tube는 모든 유기주석화합물 분석에 사용할 수 있다. 그러나 Pyrolytic zirconium-coated graphite platform(e.g. L'vov platform)은 보다 낮은 농도의 주석화합물을 분석할 수 있으며, TeBT 같은 휘발성이 있는 물질에 대한 원자화반응을 높여준다.) Platform은 상기방법으로 조제하거나 상업적으로 구매 할 수 있으며, tube안에 위치시킬 때 광학정렬 등에 많은 주의를 기울여야 한다.
- ② HPLC의 운영은 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시킨다.
  - ㉠ tetraorganotin 물질이 아닐 경우
    - ㉠ 칼럼 : cation exchange column(Whatman, Inc., Partisil-10 Strong cation Exchange Column and Solvecon Pre-Column kit)
    - ㉡ 시료를 분석하기 전에 50 - 60 ml의 acetate 완충액을 흘려보낸다.
    - ㉢ 이동상 유량 : 2 ml/min
    - ㉣ 이동상 농도구매

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

시간(min)	Acetate 완충액(%)	Citrate 완충액(%)
0 - 15	100	0
15 - 18	100 - 0	0 - 100
18 - 40	0	100

- ㉔ 크로마토그램이 완성되고 나면 칼럼에 다시 acetate 완충용액을 15분간 흘려보내 HPLC를 초기화 시킨 후 시료를 다시 분석하도록 한다
- ㉕ 시료는 100  $\mu$ l를 주입하도록 한다.

㉖ tetraorganotin 물질의 경우

- ㉖ 칼럼 : C<sub>18</sub>(Whatman, Inc., Lichrosorb)
- ㉗ 시료를 분석하기 전에 50 - 60 ml의 100% acetonitrile을 흘려보낸다.
- ㉘ Eluent flow rate : 2 ml/min, isocratic, 100% acetonitrile
- ㉙ 시료는 100  $\mu$ l를 주입하도록 한다.

- ③ HPLC에 시료를 주입한 후 칼럼을 통과하고, 검출기를 통과 한 후 나온 시료가 포함된 이동상 용액을 1분 간격으로 받아 낸 후((약 2ml가 됨), 이 용액들을 각각 AAS에 주입하여 Sn 분석을 실시한다.

(라) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{W - B + W_f + W_b - B_f - B_b}{V}, \text{ mg/m}^3$$

- W : 회수율로 보정된 여과지에서의 유기주석의 양( $\mu$ g),
- B : 회수율로 보정된 여과지 공시료의 유기주석의 양( $\mu$ g)
- W<sub>f</sub> : 회수율로 보정된 흡착튜브 앞 층의 유기주석의 양( $\mu$ g)
- W<sub>b</sub> : 회수율로 보정된 흡착튜브 뒤 층의 유기주석의 양( $\mu$ g)
- B<sub>f</sub> : 흡착튜브 앞 층 공시료의 유기주석의 양( $\mu$ g)

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

$B_b$  : 흡착튜브 뒤 층 공시료의 유기주석의 양( $\mu\text{g}$ )

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

※ 필터나 튜브에 존재하는 주석의 양( $\mu\text{g}$ ) : AAS로 분석된 주석 양은 현장시료를 전처리 하여 총 부피를 10 ml로 만든 다음, 이 용액 중 100  $\mu\text{l}$ 를 HPLC에 주입하여 칼럼과 검출기를 통과 한 이동상 용매를 1분 간격으로 받아 분석한 것이다. 따라서 1분 간격으로 받아 분석한 모든 주석의 양을 합한 것이 현장시료 100  $\mu\text{l}$ 에 포함되어 있는 주석의 양이고 전체 필터나 튜브에 존재한 주석의 양은 이 양에다 100배 해주어야 한다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 5504. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-126

텅스텐(수용성 및 비수용성)

1. 물질명 : 텅스텐(수용성 및 비수용성)

2. 물리·화학적 특성

구 분	텅스텐(수용성 및 비수용성)
화학식	Tu
CAS No.	7440-33-7
분자량	183.85
비중(20℃)	-
끓는점(℃)	-
증기압(mmHg, 25 ℃)	-

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
텅스텐 (가용성 화합물)	TWA	-	1	-	1	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	3	-	3	-	-
텅스텐 (불용성 화합물)I	TWA	-	5	-	5	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	10	-	10	-	-

4. 분석방법 : 원자흡광광도계법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003.12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 막여과지 (0.8-<math>\mu</math>m, cellulose ester membrane)+3단 카세트</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 4 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 200 <math>\ell</math></p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 1000 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 약 2주</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : AAS를 이용하여 원자흡광도를 측정하여 분석</p> <p>(2) 기기 : AAS</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 수용성 : 25<math>^{\circ}</math>C의 증류수로 6분간 추출</p> <p>(2) 비수용성 : 불산 5 ml와 질산 5 ml로 150<math>^{\circ}</math>C에서 6시간 동안 회화</p> <p>3. 최종용액 : 0.05M NaOH/2% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25 ml</p> <p>3. 검량선 : ca. 0.01 - 10 mg/시료</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 수용성 0.1 - 0.5 mg/시료 비수용성 0.25 - 12 mg/시료</p> <p>(2) 정밀도 : 0.029</p> <p>5. 검출한계 :</p> <p>(1) 수용성: 50 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>(2) 비수용성: 125 <math>\mu</math>g/시료</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 여과지에 채취하여 전처리 용액으로 회화시킨 다음 시료 용액을 조제하여 AAS를 이용하여 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : 막여과지(0.8- $\mu$ m cellulose ester membrane) + 3단 카세트

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 1 - 4 L/min
- (다) 원자흡광광도계(AAS)
- (라) 초자기구
  - ① 100 ml PTFE 비이커
  - ② 용량플라스크 : 10, 25, 100 ml
  - ③ 피펫
- (마) 가열판 또는 초음파회화기
- (바) 진공여과깔대기(funnel, clamp, frit, holder)
  - ① 47 mm, 0.45  $\mu$ m cellulose ester membrane
  - ② 회수용 용기

### (3) 시약

- (가) 질산(특급)
- (나) 불산(특급)
- (다) 염산(특급)
- (라) 염산 1%(v/v)
  - 증류수 500 ml에 염산 26.5 ml첨가한 후 증류수를 가해 1 L로 맞춘다.
- (마) Sodium hydroxide, 0.5M
  - 증류수 500 ml에 NaOH 20 g를 녹인 후, 증류수를 가해 1 L로 맞춘다.
- (바) Sodium sulfate, 20 %(w/v)
  - 증류수 50 ml에 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20 g를 녹인 후, 증류수를 가해 100 ml로 맞춘다.

### (4) 시료채취

- (가) 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- (나) 시료채취 바로 전에 흡착튜브의 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- (다) 1 - 4 l/분의 유량으로 200 - 1,000L 정도 시료채취를 한다. 이때 시료채취량이 2 mg을 넘지 않도록 한다.

### (5) 분석과정

- (가) 시료 이동

- ① 시료가 누출되지 않을 적당한 장치로 이동시킨다.
- ② 시료를 포함하지 않은 시료를 공시료라 하며, 시료 세트당 2 - 10의 현장 공시료가 필요하다.

## (나) 시료 전처리

- ① 진공 여과 깔대기에 47 mm 여과지를 올려놓고, 그 위에 카세트를 제거한 여과지를 올려놓는다.
- ② 여과지에 3 ml의 증류수를 가하여 3분간 방치한 후 진공으로 증류수를 회수용 용기로 제거한다. 이를 1회 반복한다.
- ③ 회수된 증류수를 10 ml 용량플라스크로 옮긴 후, 20% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 ml를 첨가한 후 증류수로 10 ml가 되도록 하여 수용성 텅스텐을 분석한다.
- ④ 건조된 여과지(37mm와 47mm)를 함께 PTFE 비이커에 옮긴 후 질산 5 ml와 불산 5 ml를 가하여 가열판에서 150 °C 가열하여 회화하여 한다.
- ⑤ 비이커에 회화용액이 2 ml 남을 때 비이커 뚜껑을 제거한 후, 100 °C로 완전히 건조시킨다.
- ⑥ 비이커의 온도가 식으면 1 % 염산 10 ml를 가하여 5분간 흔들어준다.
- ⑦ 이 용액을 47 mm 여과지에 다시 여과하여 건조시킨다.
- ⑧ 건조된 47 mm 여과지를 PTFE 비이커에 옮긴 후 질산 5 ml와 불산 5 ml를 가하여 가열판에서 150 °C 가열하여 회화하여 한다.
- ⑨ 비이커에 회화용액이 1 ml 남을 때 비이커 뚜껑을 제거한다. 이때 용액이 검은색을 띠는 경우 각각 2 ml의 질산과 불산으로 회화한다.
- ⑩ 남은 1 ml의 용액을 100 °C로 완전히 건조시킨다.
- ⑪ 비이커에 0.5M NaOH 2.5 ml와 20% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2.5 ml를 첨가하여 100 °C로 잔여물을 용해시킨다.
- ⑫ 25 ml 용기플라스크로 옮긴 후 증류수로 25 ml가 되게 한다.

## (다) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도 0.05 - 12 mg/시료의 범위에서 적어도 6개의 표준시료를 만들어 검량선을 작성한다.
  - ㉠ 표준용액에 사용되는 용액은 100 ml 용기플라스크에 0.5M NaOH 10 ml와 20% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 ml를 넣은 후 증류수를 넣어 만든다.
  - ㉡ 분석할 때 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ② 회수율 시험
  - ㉠ 회수율 시험을 위한 농도를 결정한다.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

㉔ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 막여과지에 각 수준별로 3개씩 떨어뜨린다.

\* 농도수준 및 농도별 반복 정도는 실험자의 판단에 따라 달라질 수 있다.

㉕ 하루밤 정도 방치한 후 시료제조 과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여 다음과 같이 회수율을 구한다.

$$\text{회수율} = \text{분석량} / \text{주입량}$$

(라) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times RE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 회석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 회석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 7074. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-127
---------

## 프레온 141b, 프레온 113

1. 물질명 : 1,1-디클로로-1-플루오르에탄(1,1-Dichloro-1-fluoroethane, Freon 141b),  
1,1,2-트리클로로-1,2,2-트리플루오르에탄(1,1,2-Trichloro-1,2,2-trifluoroethane, Freon 113)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	1,1-디클로로-1-플루오르에탄(프레온 141b)	1,1,2-트리클로로-1,2,2-트리플루오르에탄(프레온 113)
화학식	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> F	C <sub>2</sub> Cl <sub>3</sub> F <sub>3</sub>
CAS No.	1717-00-6	76-13-1
분자량	116.95	187.38
비중(20℃)	1.25	1.57
끓는점(℃)	32	48
증기압(mmHg, 25 ℃)	15	330

### 3. 노출기준

물 질	구 분	노동부고시('03)		ACGIH('03)		OSHA('03)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
Freon 141b	TWA	-	-	-	-	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
Freon 113	TWA	1000	7600	1000(A4)	7670(A4)	1,000	7,600
	STEL/Ceiling(C)	1250	9500	1250(A4)	9590(A4)	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

#### 4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
1. 채취 (1) 방법 : 고체채취 (2) 기구 및 채취제 : 흡착튜브(Anasorb CMS, 150/75 mg) 2개를 연결해 채취 (3) 시료채취 유량 : 0.05 ℓ/min (4) 총량 : 최소 - 최대 - 1 ℓ  2. 운반 : 저온운반상자에 넣어서 운반  3. 시료의 안정성 : 냉동보관에서 30일 정도  4. 공시료 : 시료셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요	1. 원리 및 기기 (1) 원리 : GC를 이용하여 분리한 후 FID로 검출 (2) 기기 : GC/FID  2. 탈착 (1) 방법 : CS <sub>2</sub> 로 탈착 (2) 효율 : 0.992 ~1.007  3. 검량선 :  4. 정 도 : (1) 범 위 : 615~2460μg/ml(freon 114b), 981~3925μg/ml(freon 113) (2) 정 밀 도 : 0.0093(freon 114b), 0.0045(freon 113)  5. 검출한계 · Freon 141b : 4.0 μg/시료 · Freon 113 : 7.2 μg/시료  6. 적용

##### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관으로 채취하여 CS<sub>2</sub>로 탈착시킨 후 일정량을 가스 크로마토그래피에 주입하여 정량한다.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

(2) 기구

- (가) 채취기 : 흡착튜브 (Anasorb CMS, 150/75 mg)
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.01 - 0.05 ℓ/min
- (다) Gas Chromatograph, detector : FID
- (라) Column : 0m x 0.32mm x 1.8 $\mu$ m fused silica (DB-624), J&W Scientific
- (마) 바이엘 : 0.75(8mm x 30mm), 2, 4, 7 ml Glass, PTFE-line Crimp Caps
- (바) 마이크로 실린지 : 10  $\mu$ ℓ
- (사) 용량플라스크 : 10 ml
- (아) 피펫

(3) 시약

- (가) 1,1-Dichloro-1-fluoroethane(Freon 141b), 특급 또는 97% 이상
- (나) 1,1,2-Trichloro-1,2,2-trifluoroethane(Freon 113), 특급
- (다) 이황화탄소(Carbon disulfide, CS<sub>2</sub>), 특급
- (라) 벤젠(Benzene), 특급 : 내부표준물질
- (마) 질소
- (바) 공기
- (사) 수소

(4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 흡착튜브 2개를 직렬로 연결한 후, 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.05 ℓ/분의 유량으로 0.75 - 1 L 정도 시료채취를 한다.
  - ④ 장시간(long-term ) 시료는 0.05 ℓ/분으로 20분 측정하여 평가한다.
  - ⑤ 단시간(Short-term) 시료는 0.05 ℓ/분으로 15분 측정하여 평가한다.
  - ⑥ 시료의 뚜껑을 닫고 시료가 누출되지 않도록 운반한다.
- (나) 시료의 전처리
  - ① 2개로 연결한 시료채취용 흡착튜브 중 앞쪽에 있는 튜브의 앞 층과 뒤 층을 함께

0.75 ml Autosampler 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼은 제거한다. 뒤쪽에 있는 흡착튜브도 앞 층과 뒤 층을 함께 0.75 ml 바이엘에 넣는다.

※ 0.75 ml 바이엘은 3)과 같이 7ml 바이엘 속으로 들어가게 되므로 0.75 ml 바이엘에 어떤 표시를 해서도 안 된다.

- ② 7 ml 바이엘에 4 ml의 탈착용액을 넣는다.
- ③ 활성탄관을 넣은 0.75 ml의 바이엘을 탈착용액이 들어있는 7 ml의 바이엘에 넣고 즉시 마개를 한다.
- ④ 흔들면서 30분 정도 방치한다.
- ⑤ 7 ml 바이엘에 들어있는 시료를 2 ml Autosampler 바이엘이나 또는 적당한 바이엘로 옮겨 담는다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도 7.69 - 76.9(Freon 141b), 12.3 - 123.0(Freon 113)  $\mu\text{g/ml}$ 의 범위에서 적어도 6개의 표준시료를 만들어 검량선을 작성한다.
- ② 분석할 때 시료와 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 최소 3개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
- ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
- ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
- ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
- ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 1  $\mu\text{l}$
  - ㉡ 운반가스: 질소 또는 헬륨, 33 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 250  $^{\circ}\text{C}$

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

검출부(Detector) : 300 °C

칼 럼 (Column) : 35 °C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (다) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V \times DE}, \text{ mg/m}^3$$

$C_s$  : 시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_s$  : 시료에서 희석한 최종용량(ml)

$C_b$  : 공시료에서의 분석물질의 농도(ppm,  $\mu\text{g/ml}$ )

$V_b$  : 공시료에서 희석한 최종용량(ml)

$V$  : 공기채취량( $\ell$ )

DE : 탈착효율

#### 참고문헌

Occupational Safety and Health Administration(OSHA): Method 113. In *OSHA Analytical Methods Manual*, 2nd ed. Salt Lake City, Utah: OSHA, 1990.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-128
---------

## 2-메톡시에틸아세테이트

1. 물질명 : 2-메톡시에틸아세테이트(2-methoxyethyl acetate), 글리콜모노메틸 에테르 아세테이트(glycol monomethyl ether acetate)

### 2. 물리·화학적 특성

구 분	2-메톡시에틸아세테이트
화학식	CH <sub>3</sub> COOCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>3</sub>
CAS No.	110-49-6
분자량	118.15
비중(20 ℃)	1.005
끓는점(℃)	145
증기압(mmHg, 20 ℃)	2

### 3. 노출기준

구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
TWA	5	24	5	24	25	120
STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

4. 분석방법 : 가스크로마토그래피법

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 고체채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : 활성탄관(coconut shell charcoal, 100/50mg)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.01 - 0.2 l/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소- 0.2 l (at 25 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대- 20 l</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 0℃에서 최소 7일</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p> <p>5. 시료채취 및 분석방법의 정확도: ±13.3%</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : GC로 분리 후 FID로 검출</p> <p>(2) 기기 : GC-FID</p> <p>2. 탈착</p> <p>(1) 방법 : CS<sub>2</sub> 1 ml를 넣고 30분간 방치</p> <p>(2) 효율 : 0.998</p> <p>3. 검량선 :</p> <p>4. 정 도</p> <p>(1) 범 위 : 30 ~ 4500 µg/sample</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.0441</p> <p>5. 검출한계 : 10 µg/sample</p> <p>6. 적용 : 20 l 공기채취시 0.3 ~47ppm 평가 가능</p> <p>7. 방해작용: 높은 습도환경은 시료채취시 흡착을 방해할 수 있음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 활성탄관을 통과 시켜 시료를 채취한 후 CS<sub>2</sub>로 탈착시켜 GC에 주입하여 FID로 검출 정량한다.

### (2) 기구

(가) 채취기 : coconut shell charcoal(100/50mg, 600℃에서 활성화 된 것) tube



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) GC - FID
- (라) Column : 10ft x 1/8 in stainless steel packed with 5% FFAP stationary phase on 100/200 mesh Supelcoport
- (마) 미량주사기 : 10  $\mu$ l
- (바) 초자기구등

### (3) 시약

- (가) 이황화탄소 : 크로마토그래피용, 내부표준물질로 0.1%(v/v) undecane 사용
- (나) 2-메톡시에틸아세테이트: 시약등급
- (다) 헬륨(He) 가스
- (라) 수소(H<sub>2</sub>) 가스
- (마) 여과된 공기

### (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취
  - ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
  - ② 시료채취 바로 전에 활성탄관의 양 끝을 절단한 후 이를 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
  - ③ 0.01 - 0.2  $\ell$ /분에서 정확한 유량으로 0.2 ~ 20  $\ell$ 의 시료를 채취한다.
  - ④ 시료채취가 끝나면 즉시 앞, 뒤 활성탄관을 분리한 후 마개로 막아 운반한다.

#### (나) 시료의 전처리

- ① 흡착튜브의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 바이엘에 넣는다. 이때 유리섬유와 우레탄 폼 마개는 버린다.
- ② 각 바이엘에 1.0 ml의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 한다.
- ③ 가끔 흔들면서 30분 정도 방치한다.

### (5) 분석과정

- (가) 검량선 작성과 정도관리
  - ① 시료농도(10 - 4500 $\mu$ g/시료 정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의

표준물질로 검량선을 작성한다.

- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 탈착효율(DE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
  - ㉠ 탈착효율 분석용 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
  - ㉡ 분석대상물질 원액을 미량주사기를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞 층에 주입한다.
  - ㉢ 흡착튜브를 마개로 막고 하룻밤 정도 방치한다.
  - ㉣ 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.
  - ㉤ 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율(DE)} = \frac{\text{검출량}}{\text{주입량}}$$

#### (나) 분석

가스크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이 한다.

- ① 기기 조건
  - ㉠ 주입량 : 5  $\mu$ l
  - ㉡ 운반가스: 헬륨, 30 ml/min
  - ㉢ 온도 : 도입부(Injector) : 225  $^{\circ}$ C  
검출부(Detector) : 250  $^{\circ}$ C  
칼 럼(Column) : 90  $^{\circ}$ C

참고 : 실제로 각 실험실에서 이 분석 방법과 똑같은 칼럼을 갖고 있지 않는 경우가 많다. 이런 경우에는 갖고 있는 칼럼 중에서 비슷한 성질의 칼럼을 선택하면 되는데 일반적인 요령은 극성물질의 분리에는 극성칼럼을, 비극성 물질의 분리에는 비극성 칼럼을 사용하면 된다. 정확히 알고 싶으면 칼럼제조회사의 카탈로그를 찾아보면 된다.

- ② 시료를 정량적으로 정확히 주입한다. 시료주입방법은 flush injection Technique과 자동주입기(autosampler)를 이용하는 방법이 있다.

#### (6) 농도계산

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V \times DE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W<sub>f</sub> : 시료 앞 층의 양 (mg)

W<sub>b</sub> : 시료 뒤 층의 양 (mg)

B<sub>f</sub> : 공시료 앞 층의 양 (mg)

B<sub>b</sub> : 공시료 뒤 층의 양 (mg)

V : 채취 공기량(ℓ)

DE : 탈착효율

\* 주의: 만일 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 이면 시료파괴가 일어난 것이므로 이 자료는 사용할 수 없다.

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 1451. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-129
---------

## 브롬, 염소

1. 물질명 : 브롬(Bromine), 염소(Chlorine)

2. 물리·화학적 특성

구 분	브롬	염소
화학식	Br <sub>2</sub>	Cl <sub>2</sub>
CAS No.	7726-95-6	7782-50-5
분자량	159.82	70.91
비중(20℃)	3.119	3.214 g/ℓ
끓는점(℃)	58.78	-34.6
증기압(mmHg, 25 ℃)	175	-

3. 노출기준

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
브롬	TWA	0.1	0.7	0.1	0.66	0.1	0.7
	STEL/Ceiling(C)	0.3	2	0.2	1.3	-	-
염소	TWA	1	3	0.5(A4)	1.5(A4)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	3	9	1(A4)	2.9(A4)	1(C)	3(C)

4. 분석방법 : 이온크로마토그래피법(Ion Chromatography)

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- 작성일자 : 2003. 12
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 및 채취제 : Prefilter(PTFE, 0.45<math>\mu</math>m)+ 은막여과지(silver membrane, 25-mm, 0.45<math>\mu</math>m)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 0.3 - 1 <math>\ell</math>/min</p> <p>(4) 총량 :</p> <p style="padding-left: 20px;">최소 - 8 <math>\ell</math> (0.1 ppm)</p> <p style="padding-left: 20px;">최대 - 360 <math>\ell</math></p> <p>2. 운반 : 햇빛과 차단하여 운반</p> <p>3. 시료의 안정성 : 30일(at 25<math>^{\circ}</math>C)</p> <p>4. 공시료 : 시료셋트당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 이온크로마토그래피를 이용하여 분석</p> <p>(2) 기기 : 이온크로마토그래피</p> <p>2. 분석대상 : 브롬 또는 염소(<math>\Gamma</math>)</p> <p>3. 탈착</p> <p>(1) 방법 : 6 mM <math>\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3</math> 3ml 첨가</p> <p>(2) 효율: 96.2% (at 8.8 - 30 <math>\mu</math>g/시료, <math>\text{I}_2</math>)</p> <p>3. 검량선: 증류수에 염소 또는 불소이온을 희석하여 조제</p> <p>4. 정 도 :</p> <p>(1) 범 위 : 5 - 100 <math>\mu</math>g(<math>\text{Br}^-</math>)/시료, 2-5<math>\mu</math>g (<math>\text{Cl}^-</math>)/시료</p> <p>(2) 정 밀 도 : 0.045(브롬), 0.067(염소)</p> <p>5. 검출한계 : 1.6 <math>\mu</math>g/시료 (<math>\text{Br}^-</math>), 0.6 <math>\mu</math>g/시료(<math>\text{Cl}^-</math>)</p> <p>6. 적용 : 90L 공기채취시 0.08 - 0.4 ppm (브롬), 0.007-0.5 ppm(염소) 측정가능</p> <p>7. 방해작용 : <math>\text{H}_2\text{S}</math>는 측정대상물질을 과소 평가하게 할 수 있고, <math>\text{HCl}</math>은 과대평가하게 할 수 있음.</p>

### (1) 원리

작업환경중의 분석대상 물질을 필터로 채취하여 알카리 탈착용매로 탈착시킨 후 일정량

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

을 이온크로마토그래피에 주입하여 정량 한다.

## (2) 기구

- (가) 채취기 : Prefilter와 silver membrane filter가 장착된 직경 25mm의 polypropylene 재질의 카울(e.g SKC 225-9006)
  - Prefilter: 25-mm, 0.5 $\mu$ m PTFE 또는 0.4  $\mu$ m polyester + plastic support
  - 은막여과지(Silver membrane filter) : 25-mm, 0.45 $\mu$ m + plastic support
- (나) 개인시료 채취용 펌프 : 0.3 - 1.0  $\ell$ /min의 펌프
- (다) Ion chromatograph, 전도도 검출기(conductivity detector), 음이온 서프레서(anion suppressor)
- (라) 주사기 : 10 ml, 루어팁(luer tip)이 있는 폴리에틸렌 주사기
- (마) 용량플라스크 : 10, 100 ml
- (바) 피펫 : 0 - 10 ml
- (사) 폴리에틸렌 병 : 30 ml
- (아) 핀셋
  - ※ Silver membrane 필터는 사용 전에 반드시 세척과정을 거쳐야 함(어떤 필터는 염소가 필터에 많이 존재할 수 있음, 부록의 필터 세척방법 참조)

## (3) 시약

- (가) Sodium thiosulfate: 시약등급
- (나) 증류수
- (다) 추출용액, 6 mM Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.474g을 증류수에 녹여 500 ml가 되게 한다.
- (라) 이동상, 0.25 mM NaHCO<sub>3</sub>/4 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/0.78 mM p-cynophenol: NaHCO<sub>3</sub> 0.041 g, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.848 g, p-cynophenol 0.186 g을 증류수에 녹여 2  $\ell$ 로 만든다.
- (마) Suppressor regenerant, 0.025 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 진한 황산 2.8ml에 증류수를 가해 4 $\ell$ 가 되게 한다.
- (바) 표준원액(calibration stock solution) : 1000  $\mu$ g/ml
  - KBr 0.149 g을 증류수에 녹여 100 ml가 되게 한다.
  - KCl 0.21 g을 증류수에 녹여 100 ml가 되게 한다.

## (4) 채취 및 처리

- (가) 시료채취

- ① 각 시료채취 펌프를 보정한다(시료채취시와 동일한 연결 상태에서).
- ② 시료채취 바로 전에 카울을 유연성 튜브를 이용하여 펌프에 연결한다.
- ③ 0.3 - 1.0 l/분에서 정확한 유량으로 8 - 360 L(브롬), 2-90 L(염소) 정도 시료를 채취한다.
- ④ 시료채취가 끝나면 카울의 마개를 막아 햇빛으로부터 차단하여 운반한다.

(나) 시료의 전처리(은막여과지는 빛에 민감하므로 모든 시료처리 과정에서 빛으로부터 차단되어야 한다.)

- ① 어두운 실내조건 또는 붉은 빛 조명 하에서 카울의 마개를 열고 핀셋을 이용하여 은막여과지를 폴리에틸렌 병에 넣고 탈착용액 3 ml를 넣고 마개를 막는다.  
\* Prefilter는 입자상 염소 또는 불소물질을 분석할 필요가 있을 때만 분석하고 그렇지 않으면 버린다.
- ② 가끔 흔들면서 최소한 10분간 탈착 시킨다. 일단 탈착이 일어나면 더 이상 햇빛에 민감하지 않게 된다.
- ③ 폴리에틸렌 병 마개를 열고 증류수를 채워 최종부피가 10 ml가 되게 한다.

## (5) 분석과정

(가) 검량선 작성과 정도관리

- ① 시료농도(0.2 - 15  $\mu\text{g}/\text{ml}(\text{Br}^-)$ , 0.05 - 5 $\mu\text{g}/\text{ml}(\text{Cl}^-)$  정도)가 포함될 수 있는 적절한 범위에서 최소한 6개의 표준물질로 검량선을 작성한다.
- ② 시료 및 공시료를 함께 분석한다.
- ③ 회수율(RE)을 구한다. 각 시료군 배취당 최소한 한번씩은 행하여야 한다. 이때 5개 농도수준에서 각각 3개씩과 공시료 3개를 준비한다.
- ㉠ 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다.
- ㉡ 계산된 첨가량에 3가지 수준의 양을 시료채취시와 동일한 은막여과지에 각 수준 별로 3개 씩 떨어뜨린다. - 주의) 빛 차단  
\* 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.
- ㉢ 하룻밤 정도 방치한 후 나.항의 시료제조과정과 동일하게 처리한 다음 분석하여 다음과 같이 회수율을 계산한다.

$$\text{회수율} = \frac{\text{분석량}}{\text{첨가량}}$$

(나) 분석

이온크로마토그래피 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시키고 조건을 다음과 같이한다.

- ① 기기 조건

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

- ㉠ 주입량 : 50  $\mu$ l
- ㉡ 칼럼: HPIC-AS4A guard, HPIC-AG4A separator MFC-1 precolumn, AMMS anion supressor
- ㉢ 유 량: 2 ml/min
- ㉣ 전도도 설정 : 10  $\mu$ s full scale
- ② 피크의 면적을 측정한다.

## (6) 농도계산

다음 식에 의하여 분석물질의 농도를 구한다.

$$C = \frac{(W - B)}{V \times RE}$$

C : 분석 물질의 농도(mg/m<sup>3</sup>)

W : 시료에서 염소 또는 불소의 양 ( $\mu$ g)

B : 공시료에서 염소 또는 불소의 양 ( $\mu$ g)

V : 채취 공기량( $\ell$ )

RE : 회수율

## 참고문헌

National Institute of Occupational Safety and Health(NIOSH): Method 6011. In *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases*(DHHS [NIOSH] Pub. No 2000 -130). Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000.



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

A-1-130

## 금속류 II

1. 물질명 : 구리(Copper), 납(Lead), 니켈(Nickel), 마그네슘(Magnesium), 망간(Manganese), 아연(Zinc), 주석(Tin), 지르코늄(Zirconium), 카드뮴(Cadmium), 크롬(Chromium)

### 2. 원소기호 및 특성

원소(기호)	CAS No.	원자량	녹는점(°C)
구리(Copper)	7440-50-8	63.54	1083
납(Lead)	7439-92-1	207.19	328
니켈(Nickel)	7440-02-0	58.71	1453
마그네슘(Magnesium)	1309-48-4	24.31	651
망간(Manganese)	7439-96-5	54.94	1244
아연(Zinc)	1314-13-2	65.37	419
주석(Tin)	7440-31-5	118.69	2507
카드뮴(Cadmium)	7440-43-9	112.40	321
크롬 (Chromium,metal, II, III)	7440-47-3(metal) 22541-79-3(II) 16065-83-1(III)	52.00	1890

### 3. 노출기준

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

물질명	구 분	노동부고시('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
구리 (Copper, as Cu)	TWA	-	0.1(흡) 1(분진및흡)	-	0.2(흡) 1(분진, 미스트)	-	0.1(흡) 1(분진, 미스트)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
납 (Lead as Pb)	TWA	-	0.05	-	0.05(A3)	-	0.05
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
니켈 (Nickel as Ni)	TWA	-	1(원소) 0.1(가용성무기화 합물)	-	1.5(원소,A5) 0.1(가용성무기화 합물,A4) 0.2(불용성무기화 합물, A1)	-	1(금속, 가용성 및 불용성)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
망간 및 무기화합물 (Manganese and inorganic compounds as Mn)	TWA	-	5(분진) 1(흡)	-	0.2(분진,흡)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	3(흡)	-	-	-	5(분진,흡,C)
산화아연 (Zinc oxide)	TWA	-	10(분진) 5(흡)	-	2(호흡성)	-	5(흡) 15(충분진) 5(호흡성분진)
	STEL/Ceiling(C)	-	10(흡)	-	10(호흡성)	-	-
주석(Tin, metal)	TWA	-	2	-	2	-	2
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
카드뮴 및 그화합물 (Cadmium and compounds as Cd)	TWA	-	0.05	-	0.01(흡입성,A2) 0.002(호흡성,A2)	-	0.005
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-
코발트 및 그 무기화합물 (Cobalt and inorganic compounds as Co)	TWA	-	0.05(금속분진및흡)	-	0.02(A3)	-	0.1(금속분진및흡, as Co)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

물질	구분	노동부('02)		ACGIH('03)		OSHA('93)	
		ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>	ppm	mg/m <sup>3</sup>
크롬 및 무기화합물 (Chromium and inorganic compounds as Cr)	TWA	-	0.5(금속, 2가, 3가) 0.05(크롬광, 불용성 6가, A1) 0.05(수용성 6가) 0.05(크롬산 연,A2) 0.01(크롬산 아연, A1)	-	0.5(금속, 3가) 0.05(크롬광, 수용성 6가, A1) 0.01(불용성 6가, A1) 0.01(크롬산 아연, A1)	-	1(금속) 0.5(2, 3가)
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	0.1(6가 as CrO3)
황화니켈 (Nickel subsulfide, as Ni)	TWA	-	1(흙, 분진, as Nickel, A1)	-	0.1(흡입성, A1)	-	-
	STEL/Ceiling(C)	-	-	-	-	-	-

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

4. 분석방법 : X-선 형광분석법

- 작성일자 : 2001. 11
- 시료채취 및 분석개요

시 료 채 취	분 석 개 요
<p>1. 채취</p> <p>(1) 방법 : 여과채취</p> <p>(2) 기구 : 막여과지+ 37mm- 3단카세트 홀더(0.8-<math>\mu</math>m, cellulose ester membrane)</p> <p>(3) 시료채취 유량 : 1 - 4 <math>\ell</math> /min</p> <p>2. 운반 : 일반적인 방법</p> <p>3. 시료의 안정성 : 안정함</p> <p>4. 공시료 : 시료 셋트 당 2 -10개의 현장 공시료 필요</p>	<p>1. 원리 및 기기</p> <p>(1) 원리 : 원소 고유의 X-선광스펙트럼을 측정하여 분석</p> <p>(2) 기기 : X-선 형광분석기</p> <p>2. 전처리</p> <p>(1) 미지시료 : 별도의 전처리가 필요 없음</p> <p>(2) 표준시료 : 농도확인을 위해 원자분광분석법(Method No. 001)에 준하여 전처리</p> <p>3. 검량선 : 원소마다 최적의 분석농도 범위에서 검량선 작성</p> <p>4. 분석범위 : 1 - 500 <math>\mu</math>g/시료</p> <p>5. 정밀도 : 표 1</p> <p>6. 정확도 : 표 1</p> <p>7. 검출한계 : 표 1</p>

(1) 원 리

X-선 형광분석법은 원소 고유의 형광에너지 및 파장의 차이를 이용하여 원소를 정성할 수 있으며 그 강도를 이용하여 정량분석에 응용할 수 있는 방법으로 비파괴 분석방법이기 때문에 산에 의한 회화 등의 전처리 없이 시료 중의 중금속을 정성·정량 할 수

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

있는 방법이다.

## (2) 기 구

- (가) 채취기구 : 직경 25mm 또는 37mm 막여과지(0.8- $\mu$ m, Cellulose ester membrane), 카세트필터홀더
- (나) 개인시료 채취용 펌프
- (다) X-선 형광분석기(X-ray fluorescence spectrometer, 이하 “XRF”라 한다)
- (라) XRF 분석용 시료용기
- (마) 분진 발생장치 및 폭로챔버
- (바) 초자기구
  - ① 피펫 : 1, 2, 5, 10ml
  - ② 마이크로피펫 : 10~100 $\mu$ l
  - ③ 용량플라스크 : 10, 50, 100ml
  - ④ 비이커 : 50, 100ml

## (3) 시 약

- (가) 표준용액 : 1,000ppm, 10,000ppm
- (나) 표준시약 : 고순도의 금속 및 금속화합물
- (다) 증류수

## (4) 시료채취

여과지를 시료 채취기에 연결하여 1~4 $l/min$ 의 유량으로 60 ~ 1,000 $l$ 의 시료공기를 포집한다. 직경 37mm 여과지를 사용할 경우 총 분진의 무게가 1mg을 초과하지 않아야 하며 직경 25mm 여과지를 사용할 경우 총분진의 무게가 0.5mg을 초과하지 않아야 한다.

## (5) 표준시료 제조

(가) 표준시료 제조방법

- ① 표준용액을 이용한 방법
  - 기지농도의 상업용 표준용액을 이용하여 여과지 표면에 일정량씩 가한 후, 건조하여

표준시료로 사용하는 방법이다. 동 방법은 정도관리 표준시료 제조 방법과 동일한 방법으로 정도관리용 시료 등을 구입하여 표준시료로 활용할 수도 있다.

- ㉔ 표준시료의 수가 최소 5개 이상이 되도록 각각의 농도수준별 표준용액의 첨가량을 계산한다(표준시료는 분석하고자 하는 시료들의 농도를 포함하여야 한다).
- ㉕ 계산된 첨가량에 따라 여과지의 표면에 표준용액을 가한다(금속 입자가 X-ray 조사면적내에 포함되도록 하여야 한다).
- ㉖ 데시케이터에서 하루 이상 건조하여 표준시료로 활용한다.

※ 주의 : 동 표준시료 제조방법은 시료분석에 사용되는 X-선이 시료 전체에 조사되는 경우에 한하여 이용될 수 있다. 즉 X-선이 시료전체에 조사된다면 검출되는 형광 X-선의 강도는 시료 중에 포함되어 있는 금속성분의 양에 비례하나 시료의 일부에만 X-선이 조사된다면 표준시료와 작업환경 시료의 중금속 입자의 분포가 다르므로 정량이 불가하다.

## ② 폭로챔버를 이용한 방법

폭로챔버(Exposure chamber)내에 분석하고자 하는 성분의 분진을 발생시킨 후, 개인시료 채취기를 이용하여 챔버내의 분진을 포집하고 여과지에 포집되어 있는 분진의 농도를 확인하여 표준시료로 사용하는 방법이다.

제조된 시료를 표준시료로 활용하기 위해서는 신뢰성 있는 분석방법으로 시료농도를 확인하여야 한다. 제조된 표준시료의 농도확인 방법은 5-2에 제시되어 있다.

### 영국 HSE(Health and safety executive) 방법에 의한 표준시료 제조 예

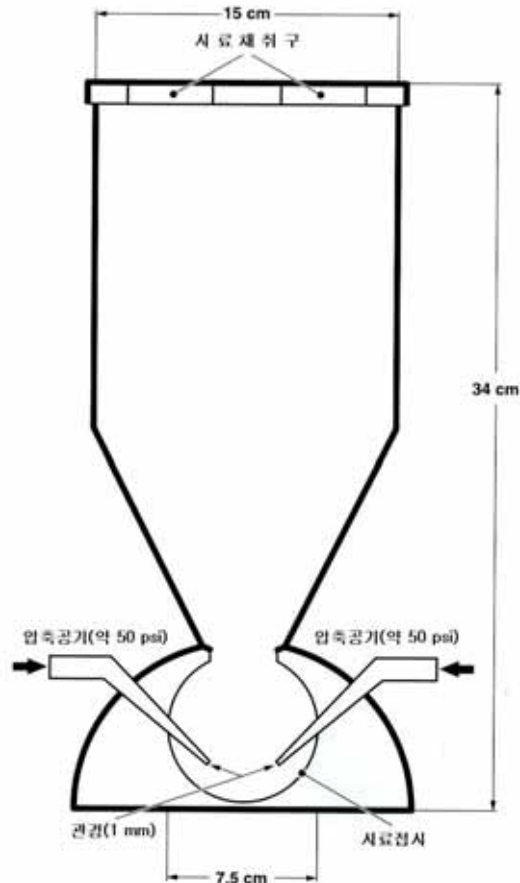
<그림 1>은 영국 HSE에서 XRF 분석시의 표준시료 제조를 위해 사용한 폭로챔버이다. 동 장치는 15cm×34cm(가로×세로) 크기의 붕소규산(Borosilicate) 재질의 유리로 제작되어 있다. 장치는 금속원료를 도입하여 분진을 발생시키는 부분, 발생된 분진이 균일하게 분포되는 챔버부분, 상부의 시료포집 부분으로 구성되어 있으며 표준시료 제조방법은 다음과 같다(영국 HSE, 1998).

- ㉔ 시료접시(Bowl for sample)에 고운 가루의 금속화합물을 넣는다.
- ㉕ 50psi 정도의 압축공기를 불어넣어 분진을 발생시켜 챔버내로 도입한다.
- ㉖ 챔버내에 분진농도가 균일하게 될 때까지 기다린다.
- ㉗ 챔버 상부에 있는 채취구를 통해 개인시료채취기를 이용하여 1~4ℓ/min의 유량

으로 챔버내의 분진을 포집한다(분진농도, 채취시간, 채취유량 등을 조절하여 농도별로 시료를 제조한다).

㉞ ㉞에서 포집한 시료의 농도를 확인하여 표준시료로 활용한다

주) 동 표준시료 제조방법은 시료분석에 사용되는 X-선이 시료 전체에 조사되는 경우에 한하여 이용될 수 있다. 시료의 일부에만 X-선을 조사하여 분석하는 장비의 경우에는 카세트필터 홀더의 뚜껑이 열려진 상태의 오픈페이스(Open face) 시료 포집을 통해 시료의 입자분포를 균일하게 하여야 한다.



<그림 1> 표준시료 제조를 위한 폭로챔버

(나) 표준시료 농도확인 방법

- ① 최소 5개 이상의 농도수준에서 각 농도수준별 2개씩 시료를 제조하여 2세트의 시료를 준비한다.
- ② XRF를 이용하여 두 세트 모두 시료당 3회씩 반복 분석하여 형광 X-선의 강도

(Intensity)를 평가한다.

- ③ 이 중 한 세트는 XRF 분석에 필요한 표준시료로 사용하고 나머지 세트는 원자흡수 분광법(AAS) 등 신뢰성 있는 분석방법을 이용하여 정량한다.
- ④ 나.에서 평가한 강도와 다.에서의 정량결과를 이용하여 시료의 농도에 대한 XRF 강도의 검량선을 작성한다.
- ⑤ 표준시료로 사용할 시료 세트의 농도를 정량하기 위해 라.에서 작성한 검량선을 이용하여 표준시료 각각의 농도를 정량한다.

표준시료 농도확인 과정(예시)

(1) 농도수준별 2세트의 시료 준비

시료세트	농도수준				
A	0.2TLV	0.5TLV	1.0TLV	1.5TLV	2TLV
B	0.2TLV	0.5TLV	1.0TLV	1.5TLV	2TLV

주) TLV : 노출기준

(2) XRF를 이용한 강도평가

농도수준 (A Set)	강도				농도수준 (B Set)	강도			
	1회	2회	3회	평균		1회	2회	3회	평균
0.2TLV					0.2TLV				
0.5TLV					0.5TLV				
1.0TLV					1.0TLV				
1.5TLV					1.5TLV				
2.0TLV					2.0TLV				

(3) AAS 등 신뢰성 있는 분석방법을 이용하여 하나의 시료 세트를 정량

농도수준	0.2TLV	0.5TLV	1.0TLV	1.5TLV	2TLV
AAS(ICP) 정량결과					



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

주) A, B 두 셋트 중 1 셋트만을 정량하고 나머지 셋트는 XRF 표준시료로 활용

- (4) (2)와 (3)을 이용하여 시료의 농도에 대한 XRF 강도의 검량선을 작성.
- (5) (4)에서 작성한 검량선을 이용한 표준시료의 농도 정량

### (6) 검량선 작성 및 분석

- (가) 표준시료의 농도에 따른 XRF 강도를 구하여 검량선을 작성한다.
- (나) XRF를 이용하여 시료 각각의 강도를 확인한다.
- (다) 가.에서 작성한 검량선을 이용하여 시료의 농도를 정량한다.

### (7) 농도계산

다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(C_s - C_b)}{V} \times 10^3$$

- 여기서  $C_s$  : 시료중의 분석물질의 양(mg)
- $C_b$  : 공시료중의 분석물질의 양(mg)
- $V$  : 공기채취량( $\ell$ )

### (8) 참고사항

- (가) 직경이 25mm인 여과지를 사용하는 경우에는 분진의 무게가 0.5mg 이하, 37mm인 여과지의 경우에는 1mg 이하가 되도록 시료를 포집한다.
- 주) 동 시료량 이상에서는 매트릭스에 의한 X-선 흡수의 영향으로 분석의 오차를 가져올 수 있으며 시료의 취급 및 운반과정에서의 손실이 있을 수 있다.
- (나) XRF 분석용 시료용기는 여과지의 유효시료 포집면 전체가 X-선에 조사될 수 있도록 적절하게 제작되어야 한다. 따라서 시료용기가 분석에 영향을 줄 수 있다면 금속성분이 없는 폴리머 등으로 제작하는 것이 바람직하다.

KOSHA CODE
------------

A - 1 - 2004
--------------

(다) 동 XRF 분석방법은 여과지의 유효시료 포집면 전체에 X-선을 조사하여 분석하는 경우에 적합한 분석방법으로 여과지의 일부에만 X-선을 조사하여 분석하는 장비의 경우에는 여과지 표면의 입자 분포를 균일하게 해주어야 한다. 따라서 오픈페이스(Open face) 시료포집방법을 통해 시료의 입자 분포를 균일하게 하거나 기타 신뢰성 있는 방법을 통해 시료를 정량하여야 한다.

(라) 동 XRF 분석방법은 입자의 평균 직경이  $2.5\mu\text{m}$  이하인 시료에 적합한 방법이다.

<표 1> XRF 방법의 정밀도, 정확도(종합불확실도) 및 검출한계(HSE, 1998)

	XRF Line	최소시료포집부피 (L)	시료분석의 정밀도 (%)	종합불확실도 (%)	검출한계 ( $\mu\text{g}/\text{sample}$ )
비소 및 그 화합물	K $\beta$	240	2.0	25.8	1
카드뮴 및 그 화합물	K $\alpha$	960	3.4	27.0	4
카드뮴 및 그 화합물	L $\alpha$	60	2.5	26.2	0.02
코발트 및 그 화합물	K $\alpha$	60	2.6	26.2	0.3
크롬 및 그 화합물	K $\alpha$	60	1.4	25.4	0.2
구리(흡)	K $\alpha$	60	1.1	25.3	0.2
구리(분진)	K $\alpha$	60	0.6	25.1	0.2
철(흡)	K $\alpha$	60	3.7	27.4	0.5
철(염)	K $\alpha$	60	3.8	27.5	0.5
망간 및 그 화합물	K $\alpha$	60	0.5	25.1	1
망간(흡)	K $\alpha$	60	1.2	25.3	1
니켈 및 그 화합물 (불용성)	K $\alpha$	60	2.0	25.8	0.2
니켈 및 그 화합물 (수용성)	K $\alpha$	60	2.2	25.9	0.2
납 및 그 화합물	L $\beta$	60	3.8	27.5	1
안티몬 및 그 화합물	K $\alpha$	240	4.5	28.3	5
안티몬 및 그 화합물	L $\alpha$	60	3.1	26.7	1 (L $\beta$ )
주석 및 그 화합물	K $\alpha$	60	1.7	25.6	5
주석 및 그 화합물	L $\alpha$	60	0.9	25.2	0.05
아연(흡)	K $\alpha$	60	1.6	25.5	0.6

- 주 1) XRF Line : 분석에 사용된 X-선의 종류를 의미하며 사용하는 X-선에 따라 분석의 정밀도, 정확도, 검출한계에 차이가 있음.
- 2) 정밀도 및 정확도는 노출기준의 0.5배~2배의 범위에서 평가한 결과임.
- 3) 정확도(종합불확실도)는 시료 포집 및 분석과정 전체에 대해 평가한 결과임.
- 4) 검출한계는 노출기준의 0.1배의 농도수준에서 30분간 시료 포집하여 평가한 결과임.

## 참고문헌

박승현: 중금속 노출평가의 효율향상을 위한 분석방법 비교 연구, 산업안전보건연구원, 2001.

KOSHA CODE

A - 1 - 2004

〈별표 4〉

## 유해인자별 분석방법 색인표

연번	물 질 명	분석방법 No	비 고
1	글루타르알데히드	A-1-067 A-1-068	
2	니트로글리세린	A-1-005	
3	니트로메탄	A-1-087	
4	니트로벤젠	A-1-119	
5	p-니트로아닐린	A-1-086	
6	p-니트로클로로벤젠	A-1-059	
7	디니트로톨루엔	A-1-059	
8	디메틸아닐린	A-1-079	
9	디메틸아민	A-1-081	
10	N,N-디메틸아세트아미드	A-1-006	
11	디메틸포름아미드	A-1-006	
12	디에탄올아민	A-1-088	
13	디에틸렌트리아민	A-1-089	
14	2-디에틸아미노에탄올	A-1-080	
15	디에틸에테르	A-1-035	
16	디에틸아민	A-1-081	
17	1,4-디옥산	A-1-007	
18	다이소부틸케톤	A-1-050	
19	디클로로메탄	A-1-009	
20	o-디클로로벤젠	A-1-064	
21	1,2-디클로로에틸렌	A-1-064	
22	디클로로플루오로메탄	A-1-101	
23	1,1-디클로로-1-플루오로에탄	A-1-125	
24	디하이드로시벤젠	A-1-090	
25	2-메톡시에탄올	A-1-030	
26	메틸렌(비스)페닐디이소시아네이트	A-1-103	
27	메틸아민	A-1-104	
28	메틸알콜	A-1-011	
29	메틸에틸케톤	A-1-014	
30	메틸이소부틸케톤	A-1-050	
31	메틸클로라이드	A-1-069	
32	메틸 n-부틸케톤	A-1-050	
33	메틸 n-아밀케톤	A-1-072	
34	o-메틸시클로헥사논	A-1-012	
35	메틸시클로로헥사놀	A-1-013	

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

연번	물 질 명	분석방법 No	비 고
36	메틸클로로포름	A-1-064	
37	말레익언하이드라이드	A-1-091	
38	프탈릭언하이드라이드	A-1-114	
39	벤젠	A-1-016	
40	1,3-부타디엔	A-1-071	
41	sec-부틸알콜(sec-부탄올)	A-1-028	
42	n-부틸알콜(1-부탄올)	A-1-028	
43	1-브로모프로판	A-1-112	
44	2-브로모프로판	A-1-112	
45	브롬화메틸	A-1-020	
46	비닐아세테이트	A-1-073	
47	사염화탄소	A-1-064	
48	스티렌	A-1-016	
49	시클로헥사논	A-1-050	
50	시클로헥사놀	A-1-029	
51	시클로헥산	A-1-003	
52	시클로헥센	A-1-003	
53	아닐린과 아닐린동족체	A-1-119	
54	아세토니트릴	A-1-075	
55	아세톤	A-1-050	
56	아세트알데히드	A-1-067 A-1-068	
57	아크릴로니트릴	A-1-025	
58	아크릴아미드	A-1-026	
59	아릴글리시딜에테르	A-1-093	
60	에탄올아민	A-1-080	
61	에틸벤젠	A-1-016	
62	에틸아민	A-1-104	
63	에틸아크릴레이트	A-1-033	
64	에틸렌글리콜디니트레이트	A-1-005	
65	2-메톡시에틸아세테이트	A-1-126	
66	2-에톡시에탄올	A-1-030	
67	2-에톡시에틸아세테이트	A-1-033	
68	2-부톡시에탄올	A-1-030	
69	에틸렌글리콜모노부틸아세테이트	A-1-095	
70	에틸렌글리콜	A-1-094	
71	에틸렌클로로하이드린	A-1-102	
72	에틸렌이민	A-1-034	
73	2, 3-에폭시-1-프로판올	A-1-076	

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

연번	물 질 명	분석방법 No	비 고
74	1, 2-에폭시프로판	A-1-077	
75	에피클로로히드린	A-1-070	
76	요오드화메틸	A-1-043	
77	이소부틸알콜	A-1-028	
78	이소아밀알콜	A-1-029	
79	이소프로필알콜	A-1-027	
80	이염화에틸렌	A-1-064	
81	이황화탄소	A-1-045	
82	초산메틸	A-1-048	
83	초산부틸	A-1-033	
84	초산에틸	A-1-048	
85	초산프로필	A-1-033	
86	초산이소부틸	A-1-033	
87	초산이소프로필	A-1-049	
88	초산이소아밀	A-1-033	
89	크레졸	A-1-052	
90	크실렌	A-1-016	
91	클로로벤젠	A-1-064	
92	1,1,2,2-테트라클로로에탄	A-1-055	
93	1,1,2-트리클로로에탄	A-1-064	
94	1,2,3-트리클로로프로판	A-1-064	
95	테트라하이드로퓨란	A-1-056	
96	톨루엔	A-1-016	
97	톨루엔-2,4-디이소시아네이트	A-1-057	
98	톨루엔-2,6-디이소시아네이트	A-1-057	
99	트리에틸아민	A-1-097	
100	트리클로로메탄	A-1-064	
101	트리클로로에틸렌	A-1-058	
102	퍼클로로에틸렌	A-1-064	
103	페놀	A-1-052	
104	펜타클로로페놀	A-1-061	
105	포름알데히드	A-1-062, 067, 068	
106	스토다드솔벤트	A-1-107	
107	프로필렌이민	A-1-034	
108	피리딘	A-1-078	
109	하이드라진	A-1-100	
110	헥사메틸렌디이소시아네이트	A-1-057	

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

연번	물 질 명	분석방법 No	비 고
111	hexan	A-1-003	
112	heptan	A-1-003	
113	황산디메틸	A-1-065	
114	구리	A-1-001	
115	납	A-1-001, 128	
116	니켈		
	니켈 니켈카르보닐	A-1-001, 128 A-1-004	
117	망간	A-1-001, 128	
118	바륨	A-1-115	
119	백금	A-1-001	
120	산화마그네슘	A-1-001, 128	
121	셀레늄	A-1-001	
122	수은	A-1-023	
123	산화아연	A-1-001, 128	
124	아티몬	A-1-120	
125	알루미늄	A-1-001	
126	요오드	A-1-096	
127	은	A-1-001	
128	이산화티타늄	A-1-001	
129	주석(금속, 무기화합물)	A-1-001, 128	
	주석(유기화합물)	A-1-123	
130	지르코늄	A-1-001	
131	산화철 분진과 흡	A-1-001	
132	카드뮴 및 화합물	A-1-1, 128	
133	코발트 및 무기화합물	A-1-001	
134	크롬(금속)과 3가크롬화합물	A-1-001, 128	
135	텅스텐	A-1-124	
136	오산화바나듐	A-1-042	
137	개미산	A-1-082	
138	과산화수소	A-1-113	
139	무수초산	A-1-092	
140	불화수소	A-1-015	
141	브롬화수소	A-1-015	
142	수산화나트륨	A-1-085	
143	수산화칼륨	A-1-085	
144	시아나이드	A-1-024	
145	시아나이드	A-1-024	
146	칼슘시아나이드	A-1-111	

KOSHA CODE
A - 1 - 2004

연번	물 질 명	분석방법 No	비 고
147	아크릴산	A-1-108	
148	염화수소	A-1-015	
149	인산	A-1-015	
150	질산	A-1-015	
151	초산	A-1-074	
152	트리클로로아세트산	A-1-098	
153	황산	A-1-015	
154	불소	A-1-116	
155	브롬	A-1-127	
156	산화에틸렌	A-1-121	
157	삼수산화비소	A-1-118	
158	시아나화수소	A-1-024	
159	암모니아	A-1-032	
160	염소	A-1-036, 127	
161	오존	A-1-122	
162	아황산가스	A-1-044	
163	이산화질소	A-1-106	
164	일산화질소	A-1-106	
165	일산화탄소	A-1-046	
166	포스겐	A-1-063	
167	포스핀	A-1-099	
168	황화수소	A-1-066	
169	디클로로벤지딘	A-1-010	
170	알파-나프틸아민	A-1-031	
171	크롬산아연	A-1-001, 128	
172	오르토-톨리딘	A-1-040	
173	디아니시딘	A-1-019	
174	베릴륨	A-1-001	
175	비소	A-1-117	
176	크롬광	A-1-047	
177	6가크롬	A-1-047, 084	
178	휘발성콜타르피치	A-1-051	
179	황화니켈	A-1-001, 128	
180	염화비닐	A-1-038	
181	벤조트리클로리드	A-1-018	
182	석면	A-1-022	



KOSHA CODE
A - 1 - 2004

연번	물 질 명		분석방법 No	비 고	
183	광물성 분진	규산	석영	A-1-083	
			크리스토티바라이트	A-1-083	
			트리디마이트	A-1-083	
		규산염	운모	A-1-099	
			포틀랜드시멘트	A-1-111	
			습스톤	A-1-099, 111	
			활석	A-1-099	
			흑연	A-1-099	
184	곡물분진		A-1-111		
185	면분진		A-1-110		
186	목분진		A-1-111		
187	용접흡		A-1-111		
188	유리섬유		A-1-111		
189	금속가공유		A-1-105		
190	초산펜틸		A-1-033		
191	코올타르 납사		A-1-002		
192	클로로메틸메틸에테르		A-1-053		
193	클로로포름		A-1-064		
194	테레핀유		A-1-054		
195	p-디메틸아미노아조벤젠		A-1-060		
196	가솔린		A-1-002		
197	니트로글리콜		A-1-005		
198	3,3'-디클로로-4,4'-디아미노디페닐메탄		A-1-008		
199	벤지딘		A-1-019		
200	삼산화비소		A-1-021		
201	석유납사		A-1-002		
202	석유벤진		A-1-002		
203	석유에테르		A-1-002		
204	알킬수은화합물		A-1-023		
205	에틸에테르		A-1-035		
206	염소화비페닐		A-1-037		
207	오라민		A-1-039		