KOSHA GUIDE

KOSHA GUIDE

KOSHA GUIDE

KOSHA GUIDE

KOSHA GUIDE
기술지원규정

유해인자 허용기준 이하 유지 유해인자에에 대한 작업환경측정 ·분석에 관한 기술지원규정

E-H-4-2026

한국산업안전보건공단

기술지원규정은 산업안전보건기준에 관한 규칙 등 산업안전보건법령의 요구사항을 이행하는데 참고하거나 사업장 안전·보건 수준향상에 필요한 기술적 권고 규정임

기술지원규정의 개요

○ 개정자 : 국립창원대학교 산학협력단

○ 제·개정경과

- 2025년 12월 보건·위생분야 전문위원회 심의(제정)
- 2026년 1월 표준제정위원회 본위원회 심의(제정)

○ 관련규격 및 자료

- National Institute for Occupational Safetyand Health, NIOSH Manual of Analytical methods(NMAM), 4th ed, www.cdc.gov/niosh/nmam
- Occupational Safetyand Health Administration (U.S.A), Sampling and Analytical method, www.osha.gov/dts/sltc/methods/index.html
- Healthand Safety Executive (U.K.),Methods for the Determination of Hazardous Substances (MDHS) guidance, www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/
- American Conference of Governmental Industria lHygienists(ACGIH):Documentation of the Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices, 7th Ed, 2019

○ 관련 법규·규칙·고시 등

- 산업안전보건법 제107조(유해인자 허용기준의 준수)
- 산업안전보건법시행령 제84조(유해인자 허용기준 이하 유지 대상 유해인자)
- 산업안전보건법시행규칙 제145조(유해인자 허용기준)
- 고용노동부고시제2020-44호(작업환경측정 및 정도관리 등에 관한 고시)
- 고용노동부고시제2020-48호(화학물질 및 물리적 인자의 노출기준)

○ 기술지원규정의 적용 및 문의

- 이 기술지원규정에 대한 의견 또는 문의는 산업안전포털 홈페이지(portal.kosha.or.kr)의 기술지원규정(KOSHA GUIDE) 소관 분야별 문의처 안내를 참고하시기 바랍니다.
- 동 규정 내에서 인용된 관련규격 및 자료, 법규 등에 관하여 최근 개정본이 있을 경우에는 해당 개정본의 내용을 참고하시기 바랍니다.

공표일자 : 2026년 1월 30일
제 정 자 : 한국산업안전보건공단 이사장

목 차

1. 목적 ····· 1

2. 적용범위 ····· 1

3. 일반사항 ····· 1

4. 일반화학분석에 관한 공통사항 ····· 2

5. 시료채취 및 분석 시 고려사항 ····· 7

6, 분석기기 ····· 10

6.1 가스크로마토그래피 ····· 10

6.2 원자흡광광도계 ····· 15

6.3 유도결합 플라즈마 분광광도계 ····· 19

6.4 고성능액체크로마토그래피 ····· 22

6.5 분광광도계 ····· 26

6.6 위상차현미경 ····· 28

7. 유해인자 허용기준 이하 유지 유해인자에 대한 작업환경측정 및 분석 방법 ····· 31

7.1 6가 크롬 화합물 ····· 31

7.2 납 및 그 무기화합물 ····· 36

7.3 니켈(불용성 무기화합물) ····· 42

7.4 니켈카르보닐 ····· 47

7.5 디메틸포름아미드 ····· 53

7.6 디클로로메탄 ····· 57

7.7 1,2-디클로로프로판 ····· 61

7.8 망간 ····· 65

7.9 메탄올 ····· 71

7.10 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트) ····· 75

7.11 베릴륨 ····· 81
7.12 벤젠 ····· 86
7.13 1,3-부타디엔 ····· 90
7-14. 2-브로모프로판 ····· 94
7-15. 브롬화 메틸 ····· 98
7-16. 산화에틸렌 ····· 103
7-17. 석면 ····· 107
7-18. 수은 ····· 114
7-19. 스티렌 ····· 118
7-20. 시클로헥사논 ····· 122
7-21. 아닐린 ····· 126
7-22. 아크릴로니트릴 ····· 130
7-23. 암모니아 ····· 134
7-24. 염소 ····· 138
7-25. 염화비닐 ····· 141
7-26. 이황화탄소 ····· 145
7-27. 일산화탄소 ····· 149
7-28. 카드뮴 및 그 화합물 ····· 151
7-29. 코발트 ····· 156
7-30. 콜타르피치 ····· 161
7-31. 톨루엔 ····· 165
7-32. 2,4-톨루엔디이소시아네이트 ····· 169

7-33. 2,6-톨루엔디이소시아네이트 ····· 175
7-34. 트리클로로메탄 ····· 180
7-35. 트리클로로에틸렌 ····· 184
7-36. 포름알데히드 ····· 188
7-37. 노말헥산 ····· 194
7-38. 황산 ····· 198
8. 측정 농도의 평가 방법 ····· 202

<부록 1> 유해인자별 노출 농도의 허용기준(제145조제1항 관련) ····· 204
<부록 2> 허용기준 유해인자 화학물질의 시료채취분석오차(SAE) ····· 206
<부록 3> 허용기준 유해인자의 분석기기 ····· 207

유해인자 허용기준 이하 유지 유해인자에 대한 작업환경측정·분석에 관한 기술지원규정

1. 목 적

이 규정은 산업안전보건법 제107조(유해인자 허용기준의 준수), 산업안전보건법 시행령 제84조(유해인자 허용기준 이하 유지 대상 유해인자)와 산업안전보건법 시행규칙 제145조(유해인자 허용기준)에 따라 허용기준 대상 유해인자의 노출 농도 측정을 실시함에 있어 측정 및 분석의 정확성과 통일성을 유지하기 위하여 필요한 제반사항을 규정한다.

2. 적용범위

이 규정은 지방노동관서의 장이 산업안전보건법 제107조(유해인자 허용기준의 준수)에 따라 작업장내 허용기준 대상 유해인자의 노출 농도가 허용기준 이하로 유지되고 있는지를 확인하여 행정처분의 근거로 사용하고자 할 때 적용한다. 허용기준 대상 유해인자는 산업안전보건법 시행령 제84조(유해인자 허용기준 이하 유지 대상 유해인자)의 별표 26에 규정한 38종으로 한다.

3. 일반사항

(1) 이 기준의 내용은 총칙, 일반 측정사항, 물질별 노출 농도 측정 및 분석 방법, 측정 농도의 평가 방법으로 구성된다.

(2) 어원, 분자식 및 화학명 등은 특별한 언급이 없는 한 ()안에 기재한다.

(3) 검출한계, 탈착효율, 회수율 등의 표시는 해당되는 조건에서 얻을 수 있는 값을 참고하도록 한 것이므로 실제 측정 시 분석조건 등에 따라 달라질 수 있다.

(4) 이 기준에서 사용하는 수치의 맺음법은 따로 규정이 없는 한 한국산업표준 KS A 3251-1(데이터의 통계적 해석 방법-제1부: 데이터의 통계적 기술)에 따른다.

(5) 이 기준에 정하지 않은 사항에 대해서는 일반적인 화학적 상식에 따르며, 세부조작에

관한 사항은 측정의 본질에 영향을 주지 않는 범위 내에서 일부를 변경 또는 조정할 수 있다.

(6) 이 기준에서 정한 방법만이 반드시 최고의 정밀도와 정확도를 갖는다고 할 수는 없으며, 규정되지 않은 방법이라도 이 규정에서 정한 방법과 동등 이상의 정밀도 및 정확도가 인정될 때에는 그 측정 및 분석 방법을 사용할 수 있다.

4. 일반화학분석에 관한 공통사항

(1) 원자량

원자량은 국제순수 및 응용화학연맹(IUPAC)에서 정한 원자량 표에 따르되, 분자량은 소수점 이하 셋째자리에서 반올림하여 둘째자리까지 표시한다.

(2) 단위 및 기호

주요 단위 및 기호는 아래 <표 1>과 같고, 여기에 표시되어 있지 않은 단위는 KS A ISO 1000(국제단위계(SI) 및 그 사용법)에 따른다.

(3) 온도 표시

(가) 온도의 표시는 셀시우스(Celcius) 법에 따라 아라비아 숫자의 오른쪽에 ℃를 붙인다. 절대온도는 K로 표시하고 절대온도 0 K는 -273 ℃로 한다.

(나) 상온은 15~25 ℃, 실온은 1~35 ℃, 미온은 30~40 ℃로 하고, 찬 곳은 따로 규정이 없는 한 0~15 ℃의 곳을 말한다.

(다) 냉수(冷水)는 15 ℃이하, 온수(溫水)는 60~70 ℃, 열수(熱水)는 약 100 ℃를 말한다.

(4) 농도 표시

(가) 중량백분율을 표시할 때에는 %의 기호를 사용한다.

(나) 액체단위부피, 또는 기체단위부피 중의 성분질량(g)을 표시할 때에는 %(W/V)의 기호를 사용한다.

<표 1> SI 단위 및 기호

종류	단위	기호	종류	단위	기호
길이	미터	m	농도	몰농도	M
	센티미터	㎝		노르말농도	N
	밀리미터	㎜		그램/리터	g/L
	마이크로미터(미크론)	㎛(μ)		밀리그램/리터	㎎/L
	나노미터(밀리미크론)	nm(mμ)		퍼센트	%
압력	기압	atm	부피	세제곱미터	㎥
	수은주밀리미터	㎜Hg		세제곱센티미터	㎤
	수주밀리미터	㎜H_2O		세제곱밀리미터	㎣
넓이	제곱미터	㎡	무게	킬로그램	kg
				그램	g
	제곱센티미터	㎠		밀리그램	㎎
	제곱밀리미터	㎟		마이크로그램	μg
				나노그램	ng
용량	리터	L			
	밀리리터	mL			
	마이크로리터	μL			

(다) 액체단위부피, 또는 기체단위부피 중의 성분용량을 표시할 때에는 %(V/V)의 기호를 사용한다.

(라) 백만분율(Parts Per Million)을 표시할 때에는 ppm을 사용하며 따로 표시가 없으면, 기체인 경우에는 용량 대 용량(V/V)을 액체인 경우에는 중량 대 중량(W/W)을 의미한다.

(마) 10억분율(Parts per Billion)을 표시할 때에는 ppb를 사용하며 따로 표시가 없으면, 기체인 경우에는 용량 대 용량(V/V)을 액체인 경우에는 중량 대 중량(W/W)을 의미한다.

(바) 공기 중의 농도를 ㎎/㎥로 표시했을 때는 25 ℃, 1기압 상태의 농도를 말한다.

(5) 초순수(물)

측정·분석 방법에 사용하는 초순수는 따로 규정이 없는 한 정제증류수 또는 이온교환수지로 정제한 탈염수(脫鹽水)를 말한다.

(6) 시약, 표준물질

(가) 분석에 사용하는 시약은 따로 규정이 없는 한 특급 또는 1급 이상이거나 이와 동등한 규격의 것을 사용하여야 한다. 단, 단순히 염산, 질산, 황산 등으로 표시하였을 때 따로 규정이 없는 한 아래 <표 2>에 규정한 농도 이상의 것을 말한다.

<표 2> 시약의 농도

물질명	화학식	농도(%)	비중(약)
염 산	HC_1	35.0~37.0	1.18
질 산	HNO_3	60.0~62.0	1.38
황 산	H_2SO_4	95% 이상	1.84
아 세 트 산	CH_3COOH	99.0% 이상	1.05
인 산	H_3PO_4	85.0% 이상	1.69
암 모 니 아 수	NH_4OH	28.0~30.0(NH_3로서)	0.90
과 산 화 수 소	H_2O_2	30.0~35.0	1.11
불 화 수 소 산	HF	46.0~48.0	1.14
요 오 드 화 수 소 산	HI	55.0~58.0	1.70
브 롬 화 수 소 산	HBr	47.0~49.0	1.48
과 염 소 산	$HClO_4$	60.0~62.0	1.54

(나) 분석에 사용되는 표준품은 원칙적으로 특급시약을 사용한다.

(다) 광도법, 전기화학적분석법, 크로마토그래피법, 고성능액체크로마토그래피법에 사용되는 시약은 순도에 유의해야 하고, 불순물이 분석에 영향을 미칠 우려가 있을 때는 미리 검정하여야 한다.

(라) 분석에 사용하는 지시약은 따로 규정이 없는 한 KS M 0015(화학 분석용 지시약 조제방법)에 규정된 지시약을 사용한다.

(마) 시료의 시험, 바탕시험 및 표준액에 대한 시험을 일련의 동일시험으로 행할 때에 사용하는 시약 또는 시액은 동일 로트(Lot)로 조제된 것을 사용한다.

(7) 기구

(가) 측정방법에서 사용하는 모든 유리기구는 KS L 2302(이화학용 유리기구의 형상 및 치수)에 적합한 것 또는 이와 동등 이상의 규격에 적합한 것으로 국가 또는 국가에서 지정하는 기관에서 검정을 필한 것을 사용해야 한다.

(나) 부피플라스크, 피펫, 뷰렛, 메스실린더, 비이커 등 화학분석용 유리기구는 국가검정을 필한 것을 사용한다.

(다) 여과용 기구 및 기기의 기재없이 “여과한다”라고 표시한 것은 KS M 7602(거름종이(화학 분석용)) 거름종이 5종 또는 이와 동등한 여과지를 사용하여 여과함을 말한다.

(8) 용기

(가) 용기란 시험용액 또는 시험에 관계된 물질을 보존, 운반 또는 조작하기 위하여 넣어 두는 것으로 시험에 지장을 주지 않도록 깨끗한 것을 말한다.

(나) 밀폐용기(密閉容器)란 물질을 취급 또는 보관하는 동안에 이물(異物)이 들어가거나 내용물이 손실되지 않도록 보호하는 용기를 말한다.

(다) 기밀용기(機密容器)란 물질을 취급하거나 보관하는 동안에 외부로부터의 공기 또는 다른 기체가 침입하지 않도록 내용물을 보호하는 용기를 말한다.

(라) 밀봉용기(密封容器)란 물질을 취급 또는 보관하는 동안에 기체 또는 미생물이 침입하지 않도록 내용물을 보호하는 용기를 말한다.

(마) 차광용기(遮光容器)란 광선이 투과되지 않는 갈색용기 또는 투과하지 않도록 포장한 용기로서 취급 또는 보관하는 동안에 내용물의 광화학적 변화를 방지할 수 있는 용기를 말한다.

(9) 분석용 저울

이 기준에서 사용하는 분석용 저울은 국가검정을 필한 것으로서 소수점 다섯째자리 이상을 나타낼 수 있는 것을 사용하여야 한다.

(10) 중금속 전처리 기기

(가) 가열판(Hot plate)

이 기준에서 사용하는 가열판은 국가검정을 필한 것으로서 200 ℃ 이상으로 가열할 수 있는 것을 사용하여야 한다.

(나) 마이크로웨이브(Microwave) 회화기

온도와 압력의 조절이 가능하도록 설계되어야 하며, 회화 용기(vessel)는 내산성(耐酸性) 재료로 만들어져야 한다.

(11) 용어

(가) “항량이 될 때까지 건조한다 또는 강열한다”란 규정된 건조온도에서 1시간 더 건조 또는 강열할 때 전후 무게의 차가 매 g당 0.3 ㎎ 이하일 때를 말한다.

(나) 시험조작 중 “즉시”란 30초 이내에 표시된 조작을 하는 것을 말한다.

(다) “감압 또는 진공”이란 따로 규정이 없는 한 15 ㎜Hg 이하를 뜻한다.

(라) “이상” “초과” “이하” “미만”이라고 기재하였을 때 이(以)자가 쓰여진 쪽은 어느 것이나 기산점(起算點) 또는 기준점(基準點)인 숫자를 포함하며, “미만” 또는 “초과”는 기산점 또는 기준점의 숫자를 포함하지 않는다. 또 “a～b”라 표시한 것은 a 이상 b 이하를 말한다.

(마) “바탕시험(空試驗)을 하여 보정한다”란 시료에 대한 처리 및 측정을 할 때, 시료를 사용하지 않고 같은 방법으로 조작한 측정치를 빼는 것을 말한다.

(바) 중량을 “정확하게 단다”란 지시된 수치의 중량을 그 자릿수까지 단다는 것을 말한다.

(사) “약”이란 그 무게 또는 부피에 대하여 ±10% 이상의 차가 있지 아니한 것을 말한다.

(아) “검출한계”란 주어진 분석절차에 따라 합리적인 확실성을 가지고 검출할 수 있는 가장 적은 농도나 양을 의미한다.

(자) “정량한계”란 주어진 신뢰수준에서 정량할 수 있는 분석대상물질의 가장 최소의 양으로, 단지 검출이 아니라 정밀도를 가지고 정량할 수 있는 가장 낮은 농도를 말한다. 일반적으로 검출한계의 3배 수준을 의미한다.

(차) “회수율”이란 여과지에 채취된 성분을 추출과정을 거쳐 분석시 실제 검출되는 비율을 말한다.

(카) “탈착효율”이란 채취한 분석대상물질의 분석값을 보정 하는데 필요한 것으로, 시료채취 매체와 동일한 재질의 매체에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 것을 말한다.

(12) 측정결과의 표시

(가) 측정결과의 표시는 산업안전보건법에서 규정한 허용기준의 단위로 표시하여야 한다.

(나) 시험성적수치는 마지막 유효숫자의 다음 단위까지 계산하여 KS A 3251-1(데이터의 통계적 해석 방법-제1부: 데이터의 통계적 기술)에 따라 기록한다.

5. 시료채취 및 분석 시 고려사항

(1) 시료채취 시 고려사항

(가) 시료채취 시에는 예상되는 측정대상물질의 농도, 방해인자, 시료채취 시간 등을 종합적으로 고려하여야 한다.

(나) 시간가중평균허용기준(TLV-TWA)을 평가하기 위해서는 정상적인 작업시간 동안 최소한 6시간 이상 시료를 채취해야 하고, 단시간허용기준(TLV-STEL) 또는 최고허용기준(TLV-C)을 평가하기 위해서는 10~15분 동안 시료를 채취해야 한다.

(다) 시료채취 시 오차를 발생시키는 주요 원인은 시료채취 시 흡입한 공기총량이 정확히 측정되지 않아서 발생되는 경우가 많다. 따라서 시료채취용 펌프의 유량변동의 범위는 본 측정방법에서 규정하고 있는 허용오차 이내의 펌프를 사용해야 한다.

(2) 검량선 작성을 위한 표준용액 조제

(가) 측정대상 물질의 표준용액을 조제할 원액(시약)의 특성(분자량, 비중, 순도(함량), 노출기준 등)을 파악한다.

(나) 표준용액의 농도범위는 채취된 시료의 예상 농도(0.1~2배 수준)에서 결정하는 것이 좋다.

(다) 표준용액 조제방법은 표준원액을 단계적으로 희석시키는 희석식과 표준원액에서 일정량씩 줄여가면서 만드는 배취식이 있다. 희석식은 조제가 수월한 반면 조제 시 계통오차가 발생할 가능성이 있고, 배취식은 조제가 희석식에 비해 어려운 점은 있으나 계통오차를 줄일 수 있는 장점이 있다.

(라) 표준용액은 최소한 5개 수준 이상을 만드는 것이 좋으며, 이때 분석하고자 하는 시료의 농도는 반드시 포함 되어져야 한다.

(마) 원액의 순도, 제조일자, 유효기간 등은 조제 전에 반드시 확인 되어져야 한다.

(바) 표준용액, 탈착효율 또는 회수율에 사용되는 시약은 같은 로트(Lot)번호를 가진 것을 사용하여야 한다.

(3) 내부표준물질

(가) 내부표준물질은 시료채취 후 분석 시 칼럼의 주입손실, 퍼징손실, 또는 점도 등에 영향을 받은 시료의 분석결과를 보정하기 위해 인위적으로 시료 전처리 과정에서 더해지는 화학물질을 말한다.

(나) 내부표준물질도 각 측정방법에서 정하는 대로 모든 측정시료, 정도관리시료, 그리고 공시료에 가해지며 내부표준물질 분석결과가 수용한계를 벗어난 경우 적절한 대응책을 마련한 후 다시 분석을 실시하여야 한다.

(다) 내부표준물질로 사용되는 물질은 다음의 특성을 갖고 있어야 한다.

① 머무름시간이 분석 대상물질과 너무 멀리 떨어져 있지 않아야 한다.

② 피크가 용매나 분석 대상물질의 피크와 중첩되지 않아야 한다.

③ 내부표준물질 양이 분석대상물질 양보다 너무 많거나 적지 않아야 한다.

(라) 내부표준물질은 탈착용매 및 표준용액의 용매로 사용되는 물질에 적당 양을 직접 주입한 후 이를 표준용액 조제용 용매와 탈착용매로 사용하는 것이 좋다.

(4) 탈착효율 실험을 위한 시료조제방법

탈착효율 실험을 위한 첨가량은 작업장에서 예상되는 측정대상물질의 일정 농도범위(0.5~2배)에서 결정한다. 이러한 실험의 목적은 흡착관의 오염 여부, 시약의 오염 여부

및 분석대상 물질이 탈착 용매에 실제로 탈착되는 양을 파악하여 보정하는데 있으며, 그 시험방법은 다음과 같다.

(가) 탈착효율 실험을 위한 첨가량을 결정한다. 작업장의 농도를 포함하도록 예상되는 농도(㎎/㎥)와 공기채취량(L)에 따라 첨가량을 계산한다. 만일 작업장의 예상 농도를 모를 경우 첨가량은 노출기준과 공기채취량 20 L(또는 10 L)를 기준으로 계산한다.

(나) 예상되는 농도의 3가지 수준(0.5~2배)에서 첨가량을 결정한다. 각 수준별로 최소한 3개 이상의 반복 첨가시료를 다음의 방법으로 조제하여 분석한 후 탈착효율을 구하도록 한다.

① 탈착효율 실험용 흡착튜브의 뒷층을 제거한다.

② 계산된 첨가량에 해당하는 분석대상물질의 원액(또는 희석용액)을 마이크로실린지를 이용하여 정확히 흡착튜브 앞층에 주입한다.

③ 흡착튜브를 마개로 즉시 막고 하룻밤 동안 상온에서 놓아둔다.

④ 탈착시켜 분석한 후 분석량/첨가량으로서 탈착효율을 구한다.

(다) 탈착효율은 최소한 75% 이상이 되어야 한다.

(라) 탈착효율 간의 변이가 심하여 일정성이 없으면 그 원인을 찾아 교정하고 다시 실험을 실시해야한다.

(5) 회수율 실험을 위한 시료조제방법

회수율 실험을 위한 첨가량은 측정대상물질의 작업장 예상농도 일정범위(0.5 ~2배)에서 결정한다. 이러한 실험의 목적은 여과지의 오염, 시약의 오염 여부 및 분석대상 물질이 실제로 전처리과정 중에 회수되는 양을 파악하여 보정하는데 있으며, 그 시험방법은 다음과 같다.

(가) 회수율 실험을 위한 첨가량을 결정한다. 작업장의 농도를 포함하도록 예상되는 농도(㎎/㎥)와 공기채취량(L)에 따라 첨가량을 계산한다. 만일 작업장의 예상 농도를 모를 경우 첨가량은 노출기준과 공기채취량 400 L(또는 200 L)를 기준으로 계산한다.

(나) 예상되는 농도의 3가지 수준(0.5~2배)에서 첨가량을 결정한다. 각 수준별로 최소한 3개 이상의 반복 첨가시료를 다음의 방법으로 조제하여 분석한 후 회수율을 구하도록 한다.

① 3단 카세트에 실험용 여과지를 장착시킨 후 상단카세트를 제거한 상태에서 계산된 첨가량에 해당하는 분석대상물질의 원액(또는 희석용액)을 마이크로실린지를 이용하여 주입한다.

② 하룻밤 동안 상온에서 놓아둔다.

③ 시료를 전처리한 후 분석하여 분석량/첨가량으로서 회수율을 구한다.

(다) 회수율은 최소한 75% 이상이 되어야 한다.

(라) 회수율간의 변이가 심하여 일정성이 없으면 그 원인을 찾아 교정하고 다시 실험을 실시해야한다.

6. 분석기기

6.1 가스크로마토그래피

(1) 원리 및 적용범위

가스크로마토그래피는 기체시료 또는 기화한 액체나 고체시료를 운반가스로 고정상이 충진된 컬럼(또는 분리관)내부를 이동시키면서 시료의 각 성분을 분리·전개시켜 정성 및 정량하는 분석기기로서 허용기준 대상 유해인자 중 휘발성유기화합물의 분석 방법에 적용한다.

(2) 주요 구성

가스크로마토그래피는 주입부(injector), 컬럼(column)오븐 및 검출기(detector)의 3가지 주요 요소로 구성되어 있으며, 여기에 이동상인 운반가스를 공급해 주는 가스공급장치(압축가스통 또는 가스발생기) 및 검출기에서 나오는 신호결과를 처리해 주는 데이터 처리시스템이 있어야 한다.

(가) 주입부

① 시료주입부는 열 안정성이 좋고 탄성이 좋은 실리콘 고무와 같은 격막이 있는 시료 기화실로서 컬럼온도와 동일하거나 또는 그 이상의 온도를 유지할 수 있는 가열기구가 갖추어져야 하고, 또한 이들 온도를 조절할 수 있는 기구 및 이를 측정할 수 있는 기구가 갖추어져야 한다.

② 주입부는 충진 컬럼(packed column) 또는 모세관 컬럼(capillary column)에 적합한 것이어야 하고, 미량주사기를 이용하여 수동으로 시료를 주입하거나 또는 자동주입장치를 이용하여 시료를 주입할 수 있어야 한다.

(나) 컬럼오븐

① 컬럼오븐의 내용적은 분석에 필요한 길이의 컬럼을 수용할 수 있는 크기이어야 한다. 또한 컬럼내부의 온도를 조절할 수 있는 가열기구 및 이를 측정할 수 있는 측정기구가 갖추어져야 한다.

② 오븐 내 전체 온도가 균일하게 조절되고 가열 및 냉각이 신속하여야 한다. 설정온도에 대한 온도조절 정밀도는 ±0.5 ℃의 범위 이내, 전원의 전압변동 10%에 대하여도 온도변화가 ±0.5 ℃ 범위 이내이어야 한다.

③ 충진 컬럼과 모세관 컬럼의 일반적인 특성을 비교하면 다음 표와 같다.

인자	충진 컬럼	모세관 컬럼
길이(m)	1 ~ 5	5 ~ 100
내경(mm)	2 ~ 4	0.1 ~ 0.8
컬럼의 주요재질	유리, 스테인레스 스틸	fused silica
운반기체유량(mL/min)	10 ~ 100	0.5 ~ 10
운반기체압력(psig)	10 ~ 40	3 ~ 40
이론단수(단수/m)	2,000 ~ 3,000	5,000 이상
총 이론단수	5,000(2 m인 경우)	150,000(50 m인 경우)
피크당 성분용질량(ug)	10	0.05 미만
고정상필름두께(㎛)	1 ~ 10	0.1 ~ 2

④ 최근에는 모세관 컬럼(capillary column)이 주요 사용되며, 그 종류는 제조회사별로 다양하다. 다음 표는 모세관 컬럼의 대표적인 규격과 그 특성을 비교한 것이다.

분리관 내경(mm)	시료 용질량(ng)	효율(이론단수/m)	최적유량(mL/min)
0.20	5 ~ 30	5,000	0.4
0.25	50 ~ 100	4,170	0.6
0.32	400 ~ 500	3,330	1.0
0.53	1,000 ~ 2,000	1,670	2.8
0.75	10,000 ~ 15,000	1,170	5.6

(다) 검출기

① 검출기의 온도를 조절할 수 있는 가열기구 및 이를 측정할 수 있는 측정기구가 갖추어져야 한다.

② 검출기는 감도가 좋고 안정성과 재현성이 있어야 하며, 시료에 대하여 선형적으로 감응해야 하고, 약 400 ℃까지 작동 가능해야 한다.

③ 검출기는 시료의 화학종과 운반기체의 종류에 따라 각기 다르게 감도를 나타내므로 선택에 주의해야 하고, 검출기를 오랫동안 사용하면 감도가 저하되므로 용매에 담궈 씻거나 분해하여 부드러운 붓으로 닦아 주는 등 감도를 유지할 수 있도록 해야 한다.

④ 검출기의 종류 중 하나인 불꽃이온화검출기(FID)의 작동원리는 분리관에서 분리된 물질이 검출기 내부로 들어와 수소가스와 혼합되고 혼합된 기체는 공기가 통과하고 있는 젯(jet)으로 들어가서 젯위에 형성된 2,100 ℃ 정도의 불꽃안에서 연소가 되면서 이온화가 이루어지는 것이다. 발생된 이온은 직류전위차를 측정할 수 있는 전극에 의해 전류의 양으로 변환되는데, 이는 전하를 띈 이온의 농도에 비례하게 되며 다음과 같은 특징이 있다.

㉮ 검출기에 공급되는 공기와 수소의 비율은 기기제조사와 모델에 따라 다르지만 대개 수소는 30 ~ 40 mL/분, 공기는 200 ~ 500 mL/분 정도이다. 이러한 공급기체의 비율은 검출기의 감응도에 영향을 미치므로 반드시 기기 제조사가 권고한 대로 유량을 맞추어야 한다.

㉯ FID는 성분의 탄소수에 비례하여 높은 감응도를 보이는데, 일반적인 유기화합물에 대한 감응수준은 10 ~ 100 pg이며, 직선범위는 1 x 107 수준이다.

㉰ FID에 감응하지 않는 화학성분들은 H_2O, CO_2, CO, N_2, NH_4, O_2, SO_2, SiO_4 등이다.

㉱ FID는 불꽃을 사용하므로 검출기의 온도가 너무 낮은 경우에는 검출기 내부에 수분이 응축되어 기기가 부식될 가능성이 있으므로 적어도 80 ~ 100 ℃이상의 온도를 유지할 필요가 있다.

⑤ 검출기의 종류 중 하나인 전자포획검출기(ECD)의 작동원리는 시료와 운반가스가 β선을 방출하는 검출기를 통과할 때 이 β선에 의해 운반가스(흔히 질소를 사용함)의 원자로부터 많은 전자를 방출하게 만들고 따라서 일정한 전류가 흐르게 하는 것이다.

그러나 운반기체와 함께 이송되는 시료성분인 유기화합물에 의해 운반기체에서 방출된 전자와 결합하기 때문에 검출기로부터 나오는 전류량은 유기화합물의 농도에 비례하여 감소하게 된다.

㉮ ECD는 할로겐, 과산화물, 퀴논, 니트로기와 같은 전기음성도가 큰 작용기에 대하여 대단히 예민하게 반응한다.

㉯ 아민, 알콜류, 탄화수소와 같은 화합물에는 감응하지 않는다.

㉰ 염소를 함유한 농약의 검출에 널리 사용되고, ECD를 통과한 화합물은 파과되지 않는다는 장점이 있다.

㉱ 검출한계는 약 50 pg 정도이고, 1 x 107까지 반응의 직선성을 가진다.

⑥ 검출기의 종류 중 하나인 불꽃광전자검출기(FPD)의 작동원리는 시료가 검출기 내부에 형성된 불꽃을 통과할 때 연소하는 과정에서 화합물들이 에너지가 높은 상태로 들뜨게 되고, 다시 바닥상태로 돌아올 때 특정한 빛을 내놓는 불꽃 발광현상을 이용한 것이다. 이 빛은 광증배관에 의해 수집되고 측정되며 광학필터에 의해 황 및 인을 함유한 화합물에 매우 높은 선택성을 갖게 된다.

⑦ 이상의 검출기 이외에도, 질소인검출기(NPD), 열전도도검출기(TCD), 광이온화검출기(PID)등이 있다.

(라) 운반기체

운반기체는 충전물이나 시료에 대하여 불활성이고 사용하는 검출기의 작동에 적합하고 순도는 99.99% 이상이어야 한다. 일반적으로 검출기 종류에 따라 쓰이는 운반기체의 종류 및 특징은 다음과 같다.

검출기 종류	운반기체	특징
FID	질소	적합
	수소, 헬륨	사용가능
ECD	질소	가장 우수한 감도제공
	알곤/메탄	가장 넓은 시료농도범위에서 직선성을 가짐
FPD	질소	적합

(3) 조작방법

(가) 설치조건

① 설치장소는 진동이 없고, 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리하게 할 수 있으며, 부식가스나 먼지가 적고 상대습도 85%이하의 직사광선이 비춰지지 않는 곳이 적절하다.

② 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 ±10% 이내로서 주파수변동이 없어야 한다.

③ 대형변압기, 고주파 가열로와 같은 것으로부터 전자기 유도를 받지 않아야 하고, 접지저항은 10 Ω 이하이어야 한다.

(나) 장치의 설치 및 점검

① 장치를 설치하고 가스배관을 연결한 다음, 가스의 누출이 없는지 확인해야 한다. 장치에 가스를 공급하는 가스통은 넘어지지 않도록 고정해야 한다.

② 각 분석 방법에 규정된 칼럼을 참고하여 선택된 칼럼을 장치에 부착한 후 운반기체의 압력을 사용압력 이상으로 올려 연결부에 가스누출이 일어나는지 여부를 비눗물 등을 이용하여 점검한다.

(다) 분석을 위한 장비의 가동

① 각 분석 방법에 규정된 내용과 기기회사의 권고내용을 참고하여 기기의 조건을 설정하고 최적화시킨다.

② 분석시스템의 바탕선(base line)의 안정상태를 확인한다.

③ 시료를 주입하여 분석하고자 하는 물질이 다른 물질과 완전히 분리가 일어나는지 여부를 확인한 다음 실제 시료분석을 실시한다.

(라) 정성 및 정량분석

① 정성분석은 동일 조건하에서 표준물질의 피크 머무름시간(retention time) 값과 미지물질의 머무름시간 값을 비교하여 실시한다. 일반적으로 5~30분 정도에서 측정하는 피크의 머무름시간은 반복시험을 할 때 ±3% 오차범위 이내여야 한다.

② 정량분석은 각 분석 방법에서 규정된 방법에 따라 시험하여 크로마토그램의 재현성, 시료분석의 양, 피크면적 또는 높이의 관계, 회수율(탈착효율) 등을 고려하여 분석한다.

③ 검출한계는 분석기기의 검출한계와 분석 방법의 검출한계로 구분되며, 분석기기의 검출한계라 함은 최종시료 중에 포함된 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하고, 분석 방법의 검출한계라 함은 작업환경측정 시료 중에 포함된 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하며, 구하는 요령은 다음과 같다.

㉮ 기기 검출한계: 분석대상물질을 용매에 일정 양을 주입한 후 이를 점차 희석하여 가면서 분석기기가 반응하는 가능한 낮은 농도를 확인한 후, 이 최저 농도를 7회 반복 분석하여 반복 시 기기의 반응 값들로부터 표준편차를 가한 후 다음과 같이 검출한계 및 정량한계를 구한다.

검출한계: 3.143 x 표준편차
정량한계: 검출한계 x 4

㉯ 분석 방법의 검출한계: 분석기기가 검출할 수 있는 가능한 저농도의 분석대상물질을 시료채취기구에 직접 주입시켜 흡착시킨 후, 시료 전처리 방법과 동일한 방법으로 탈착시켜, 이를 7회 반복 분석하여 기기 검출한계 및 정량한계 계산방법과 동일한 방법으로 구한다.

6.2 원자흡광광도계

(1) 원리 및 적용범위

분석대상 원소가 포함된 시료를 불꽃이나 전기열에 의해 바닥상태의 원자로 해리시키고, 이 원자의 증기층에 특정파장의 빛을 투과시키면 바닥상태의 분석대상 원자가 그 파장의 빛을 흡수하여 들뜬 상태의 원자로 되는데, 이 때 흡수하는 빛의 세기를 측정하는 분석기기로서 허용기준 대상 유해인자 중 금속 및 중금속의 분석 방법에 적용한다.

(2) 주요 구성

원자흡광광도계는 광원, 원자화장치, 단색화장치, 검출부의 주요 요소로 구성되어 있어야 한다.

(가) 광원

① 광원은 분석하고자 하는 금속의 흡수파장의 복사선을 방출하여야 하며, 주로 속빈음극램프가 사용된다.

② 전류를 필요 이상 높여주면 발광선의 폭이 넓어져 흡광도가 감소하고 검량선의 직선성이 떨어지므로 속빈음극램프에 사용하는 전류는 추천치 이하로 사용하는 것이 바람직하다.

③ 전류와 전압을 램프에 일정하게 공급할 수 있고 사용되는 전류량은 정밀하게 조절될 수 있어야 한다.

(나) 원자화 장치

원자화 장치는 불꽃원자화장치와 비불꽃원자화장치 두 가지로 분류된다.

① 불꽃원자화방법은 조연제와 연료를 적절히 혼합하여 최적의 불꽃온도와 화학적 분위기를 유도하여 원자화시키는 방법으로 빠르고 정밀도가 좋으며 매질효과에 의한 영향이 적다는 장점이 있는 방법으로 대부분의 금속물질을 분석하는데 널리 사용된다.

② 비불꽃원자화방법은 전열고온로법(graphite furnace)과 기화법이 있으며, 전열고온로법은 감도가 좋아 미량의 생체시료 중 금속성분을 분석하는데 주로 사용되고 있으며, 기화법은 화학적 반응을 유도하여 분석하고자 하는 원소를 시료로부터 기화시켜 분석하는 방법으로 이 방법 또한 미량분석이 가능하므로 수은이나 비소의 분석에 사용된다.

③ 시료 분석에 널리 사용되는 불꽃원자화 장치의 원자화 단계 및 각 단계에서 주의해야 할 사항은 다음과 같다.

㉮ 분석 시 표준용액과 시료용액의 분무현상은 동일해야 한다. 이를 위해 표준용액이나 시료의 물성, 특히 표면장력과 점도까지도 동일한 것이 좋으므로 용매의 조성 및 사용되는 산의 농도가 동일하게 관리되어야 한다.

㉯ 불꽃속으로 진입하는 입자의 크기가 미세하고 균일할수록 원자화가 골고루 일어나 흡광도가 안정적으로 생성된다.

㉰ 연료가스 및 산화가스가 용액입자에 얼마나 잘 혼합되느냐에 따라 분석 시 감도 및 재현성이 달라진다. 따라서 모든 가스는 추천등급에 맞아야 하고, 유량이 적절히 조절되어서 버너로 보내져야하며, 분무장치가 막히는 일이 없도록 해야 한다.

㉲ 불꽃을 만들기 위한 연료가스와 조연가스의 조합에는 프로판-공기, 수소- 공기, 아세틸렌-공기, 아세틸렌-아산화질소 등이 있다. 작업환경분야 분석에 가장 널리 사용되는 것은 아세틸렌-공기와 아세틸렌-아산화질소로서 분석대상 금속에 따라 이를 적절히 선택하여 사용해야 한다.

(다) 단색화 장치

단색화 장치는 슬릿, 거울, 렌즈 및 회절발로 구성된 장치로 입사된 빛 중에 원하는 파장의 빛만을 골라내기 위해 사용되며, 분석대상 금속에 따라 슬릿의 폭을 바꾸어 목적하는 분석선 만을 선택해 내야 한다. 이때 슬릿의 폭은 목적하는 분석선을 분리해 낼 수 있는 범위내에서 되도록 넓게 설정하는 것이 좋다.

(라) 검출부

검출부는 단색화장치에서 나오는 빛의 세기를 측정 가능한 전기적 신호로 증폭시킨 후 이 전기적 신호를 판독장치를 통해 흡광도나 흡광율 또는 투과율 등으로 표시한다. 일반적으로 증폭장치로 사용되는 것은 광전증배관이다.

(3) 조작방법

(가) 설치조건

① 설치장소는 진동이 없고, 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리하게 할 수 있으며, 부식가스나 먼지가 적고 상대습도 85%이하의 직사광선이 비취지지 않는 곳이 적절하다.

② 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 ±10% 이내로서 주파수변동이 없어야 한다.

③ 대형변압기, 고주파 가열로와 같은 것으로부터 전자기 유도를 받지 않아야 하고, 접지저항은 10 Ω 이하이어야 한다.

(나) 장치의 설치 및 점검

장치를 설치하고 가스배관을 연결한 다음, 가스의 누출이 없는지 확인해야 한다. 장치에 가스를 공급하는 가스통은 넘어지지 않도록 고정해야 한다.

(다) 분석을 위한 장비의 가동

① 각 분석 방법에 규정된 내용과 기기회사의 권고내용을 참고하여 기기의 조건을 설정하고 최적화시킨다.

㉮ 광원의 최적화

광원에서 방사되는 복사선이 버너의 적정높이에서 평행하게 지나가도록 램프위치를 설정해야 한다. 기기마다 램프의 수직과 수평위치를 조절하는 나사가 있으므로 이것을 조절하면서 흡광도를 관찰하여 가장 최대의 흡광도를 나타내고 변화가 적은 램프위치를 설정한다. 제조회사가 제시한 기기의 작동지침서에는 대부분 금속별로 2개 이상의 고유파장이 주어져 있다. 이러한 파장 중에서 분석예상농도를 분석하는데 가장 적절한 파장을 선택하도록 한다.

㉯ 원자화 장치의 최적화

분무장치에서 시료의 원자화에 가장 큰 영향을 미치는 변수는 시료방울의 크기이다. 따라서 유입된 시료는 분무장치의 유리구슬에 효율적으로 충돌되어 작은 물방울로 분산되어야 한다. 시료주입량이 너무 느리면 흡광도가 낮고, 너무 빠르면 용매의 과잉공급으로 불꽃이 불안정해진다. 따라서 적정 주입량은 보통 분당 2~5 mL이나 기기마다 적정유량을 참조하는 것이 바람직하다. 분석조건에 따라 적정불꽃의 상태(산화상태 또는 환원상태)와 버너의 높이를 조절하여 최대의 흡광도가 일어나는 조건을 찾아야 한다.

② 기기회사가 제시한 농도에서 그에 해당하는 적절한 흡광도가 얻어지는지를 확인한다. 적절한 흡광도가 얻어지지 않을 때는 시료주입량, 버너의 위치, 불꽃의 상태, 광원의 전류량 조절 등을 통해 원하는 흡광도가 얻어질 수 있도록 조정해야 한다. 다음은 최적화 상태를 확인하는 방법이다.

㉮ 기기제조회사가 제시한 작동지침서에서 제시한 금속별 최적농도 범위 내에서 표준용액을 조제하고 그 중 한 농도를 선택한다.

㉯ 앞서 설명한 기기의 최적화에 영향을 미치는 변수들을 차례대로 조절하여 가장 높은 흡광도를 나타내는 기기상태와 조건을 설정한다.

㉰ 가장 높은 흡광도를 나타내는 상태에서 정확도와 정밀도를 제공할 수 있는지를 확인한다.

③ 적정흡광도가 이루어지면 공시료, 표준용액 및 현장시료의 분석을 실시한다.

(라) 정성 및 정량분석

① 원자흡광분석에 있어 검량선은 저농도 영역에서는 양호한 직선성을 나타내지만 고농도 영역에서는 여러 가지 원인에 의해 휘어진다. 따라서 정량을 행하는 경우 직선성을 나타내는 농도나 흡광도 영역에서 시험을 실시하여야 한다.

② 정량분석은 각 분석 방법에 규정된 방법에 따라 시험하여 흡광도의 재현성, 회수율 등을 고려하여 분석한다.

③ 검출한계는 분석기기의 검출한계와 분석 방법의 검출한계로 구분되며, 분석기기의 검출한계란 최종시료 중에 포함된 분석 대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하고, 분석 방법의 검출한계란 노출 농도 측정 시료 중에 포함된 분석 대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하며, 구하는 요령은 가스크로마토그래피법에서 규정한 방법과 동일하다.

6.3 유도결합 플라즈마 분광광도계

(1) 원리 및 적용범위

(가) 유도결합플라즈마(Inductively Coupled Plasma, ICP)는 고주파(RF) 전력을 이용해 아르곤(주로) 가스를 플라즈마 상태로 유지하고, 시료를 미세한 에어로졸 형태로 플라즈마에 도입하여 원자화·이온화시킨 뒤 방출 스펙트럼(ICP-OES/ICP-AES) 또는 생성된 이온의 질량을 분석(ICP-MS)하는 방식으로 허용기준 대상 유해인자 중 금속 및 중금속의 분석 방법에 적용한다.

(나) ICP-OES (Optical Emission Spectrometry)는 플라즈마에서 들뜬 원자가 방출하는 특유의 발광선을 분광기로 분리·측정하여 원소를 정량한다.

(다) ICP-MS (Mass Spectrometry)는 플라즈마에서 생성된 이온을 질량분석기로 분리·검출하여 극미량(트레이스) 원소를 정량한다.

(라) 다원소 동시분석에 적합 하다. 환경(수질, 대기 입자), 작업환경(산업용 시료), 식품, 임상, 소재·공정 모니터링 등에서 널리 사용하며, 감도는 ICP-MS는 $pg \cdot L^{-1}$ - $ng \cdot L^{-1}$ 수준(초미량)이며, ICP-OES는 $\mu g \cdot L^{-1}$ - $mg \cdot L^{-1}$ 수준(저·중농도)이다.

(마) 측정대상 물질은 금속·준금속 전반(예: Pb, Cd, As, Hg*, Cr, Ni, Cu, Zn, Fe, Mn 등)의 분석에 적용된다.

(2) 주요 구성 요소

유도결합 플라즈마 분광광도계(ICP) 장치는 크게 시료 도입 장치, 플라즈마 생성 장치, 분광 장치 및 검출기 세 가지 주요 부분으로 구성된다.

(가) 시료 도입 장치는 시료를 플라즈마로 운반하고 미세한 에어로졸 형태로 분무한다.

① 펌프(Pump): 액체 시료를 분무기로 일정하게 공급한다.

② 분무기(Nebulizer): 액체 시료를 미세한 액체 방울(에어로졸)로 만든다.

③ 분무 챔버(Spray Chamber): 생성된 에어로졸 중 입자가 큰 방울을 제거하고, 미세 입자만 플라즈마 토치로 보낸다.

(나) 플라즈마 생성 장치 (토치 및 RF 발생기)는 고온의 플라즈마를 생성하고 유지하며, 시료를 원자화/이온화한다.

① 토치(Torch): 아르곤 가스를 주입하고 플라즈마를 형성하는 석영 유리로 된 부품이다.

② RF 발생기(RF Generator): 고주파 전력을 발생시켜 토치 주변의 유도 코일(load coil)에 고주파 전류를 흘려 자기장을 유도하고, 이로 인해 아르곤 가스에 에너지를 전달하여 플라즈마를 생성한다.

(다) 분광 장치 및 검출기는 플라즈마에서 방출된 빛을 파장별로 분리하고, 각 파장에서의 빛의 세기를 측정한다.

① 인터페이스(Interface): 플라즈마의 고온/고압 환경과 분광기의 저온/저압 환경을 연결하는 부분이다.

② 분광기(Spectrometer): 격자(grating)나 프리즘을 사용하여 플라즈마에서 방출된 다파장의 빛을 각 원소의 고유 파장으로 분리한다.

③ 검출기(Detector): 분리된 각 파장의 빛의 세기(intensity)를 측정한다. (예: PMT, CCD, CID)

(3) 조작 방법 (Operating Procedure)

일반적인 ICP 분석 과정은 다음과 같다.

(가) 시료 전처리: 분석하고자 하는 시료의 매트릭스(matrix)를 고려하여 ICP에 주입할 수 있는 액체 상태로 만든다. 보통 산(acid)을 이용하여 용해하고 적절한 농도로 희석한다.

(나) 기기 준비: 아르곤 가스 공급, 냉각수 공급, RF 전력 설정, 분광기 파장 교정 등을 통해 기기를 안정화한다.

(다) 표준 용액 준비: 분석할 원소의 농도를 알고 있는 표준 용액(Standard Solution)을 여러 농도 단계로 준비한다.

(라) 검량선 작성 (Calibration Curve): 준비된 표준 용액을 ICP에 주입하여 각 농도에 해당하는 빛의 세기(Intensity)를 측정한다. 농도를 x축, 빛의 세기를 y축으로 하여 검량선을 작성한다.

(마) 시료 측정: 전처리된 미지 농도의 시료를 ICP에 주입하고 빛의 세기를 측정한다.

(바) 농도 계산: 시료에서 얻은 빛의 세기 값을 검량선에 대입하여 시료의 농도를 계산한다.

(4) 정성 및 정량 분석 (Qualitative and Quantitative Analysis)

(가) 정성 분석 (Qualitative Analysis)

정성 분석은 시료에 어떤 원소가 존재하는지를 확인하는 과정이다.

① 원리: 각 원소는 들뜬 상태에서 안정된 상태로 돌아올 때 고유하고 특정한 파장의 빛을 방출한다.

② 방법: 시료를 측정하여 얻은 스펙트럼에서 나타나는 피크(peak)의 파장을 해당 원소의 데이터베이스에 있는 고유 파장(특성 스펙트럼 선)과 비교하여 시료에 포함된 원소의 종류를 확인한다.

(나) 정량 분석 (Quantitative Analysis)

정량 분석은 시료에 포함된 원소의 농도가 얼마인지를 측정하는 과정이다.

① 원리: 방출되는 빛의 세기는 시료 내 해당 원소의 농도에 비례한다는 Beer-Lambert 법칙의 원리가 기본이 된다.

② 방법: 검량선(Calibration Curve)을 작성합니다. 이는 농도와 빛의 세기 사이의 선형 관계를 확립하는 과정이다. 미지 시료에서 측정된 빛의 세기를 검량선에 대입하여 미지 시료의 농도를 정확하게 산출한다. 정확도를 높이기 위해 내부 표준법(Internal Standard Method)을 사용하여 기기의 변동이나 매트릭스 효과를 보정하는 경우가 많다.

6.4 고성능액체크로마토그래피

(1) 원리 및 적용범위

고성능액체크로마토그래피(HPLC)는 끓는점이 높아 가스크로마토그래피를 적용하기 곤란한 고분자화합물이나 열에 불안정한 물질, 극성이 강한 물질들을 고정상과 액체 이동상 사이의 물리화학적 반응성의 차이를 이용하여 서로 분리하는 분석기기로서, 허용기준 대상 유해인자 중 포름알데히드, 2,4-톨루엔디이소시아네이트 등의 정성 및 정량분석 방법에 작용한다.

(2) 주요 구성

고성능액체크로마토그래피는 용매, 탈기장치(degassor), 펌프, 시료주입기, 칼럼, 그리고 검출기로의 주요 구성요소를 가지며 검출기에서 나오는 신호결과를 처리해 주는 데이터 처리시스템이 있어야 한다.

(가) 용매

① 용매를 저장하는 용기는 유리 또는 폴리에틸렌 재질로 만들어져 있는 것을 사용하며, 시료분석에 영향을 주지 않아야 한다.

② 용매는 HPLC용 등급의 고순도 용매만을 사용해야 하고, 초순수가 용매로 사용되는 경우에는 저항값이 18 MΩ 이상의 것을 사용해야 한다.

③ 두 용매를 혼합하여 사용하는 경우 혼화성 지수의 차가 15미만이어야 하고, 시료는 반드시 용매(이동상)에 녹아야 하지만 이 이동상은 고정상을 녹여서는 안 된다.

④ 용매는 사용하는 파장에서 흡광이 일어나지 않아야 한다.

⑤ 다음은 HPLC 용매로 사용되는 주요물질의 혼화성지수를 나타낸 것이다.

물질명	혼화성지수	물질명	혼화성지수
acetone	15	ethyl acetate	19
acetonitrile	11	ethyl ether	23
n-butyl acetate	22	heptane	29
n-butyl alcohol	15	hexane	29
chlorobenzene	21	iso-octane	29
chloroform	19	isobutyl alcohol	15
cyclohexane	28	isopropyl alcohol	15
dichloromethane	20	methanol	12
n,n-dimethyl foramide	12	methyl ethyl ketone	17
dimethylsulfoxide	9	tetrahydrofuran	17
1,4-dioxane	17	toluene	23

(나) 탈기장치

이동상 중의 용존산소, 질소, 기포 등을 제거하여 칼럼 내에서 이동상에 대한 댐핑 현상을 줄여주는 장치이다. 탈기방법으로는 이동상 용매에 헬륨가스를 주입하여 기포 등을 제거하는 헬륨퍼징방법(helium sparging), 이동상 용매를 사용하기 전에 막여과지를 이용하여 여과시키는 방법(vacuum filteration), 초음파를 이용하여 탈기시키는 방법(sonication)이 있다.

(다) 펌프

이동상으로 사용되는 용매를 저장용기로부터 시료주입기를 거쳐 칼럼으로 연속적으로 밀어주어 최종적으로 검출기를 통과하여 이동상인 용매와 시료주입기를 통해 주입된 시료가 밖으로 나올 수 있도록 압력을 가해주는 장치로, 이러한 펌프가 기본적으로 갖추어야 할 요건은 다음과 같다.

① 펌프내부는 용매와의 화학적인 반응이 없어야 한다.

② 최소한 500 psi의 고압에도 견딜 수 있어야 하고, 0.1 - 10 mL/min 정도의 유량조절이 가능해야 한다.

③ 일정한 유속과 압력을 유지할 수 있어야 한다.

④ 기울기 용리가 가능해야 한다.

(라) 시료주입기

분석하고자 하는 시료를 이동상인 용매의 흐름에 실어주는 장치로서, 시료주입용 밸브를 이용하는 방법이 가장 일반적으로 사용된다. 시료주입기는 수동형 시료주입기와 자동형 시료주입기가 있다.

(마) 칼럼

① 물질의 분리가 일어나는 곳으로 일반적으로 스테인레스 스틸을 사용하여 만든 관모양의 용기에 충진제를 채워서 사용하는데, 분석하고자 하는 시료의 종류에 따라서 칼럼의 직경과 길이 및 충진제의 종류를 선택하여 사용할 수 있다.

② 일반적으로 많이 사용되는 칼럼은 길이 10~30 cm, 내경 4.6 mm, 충진제의 크기 5 ㎛, 이론단수 40,000~60,000 단/m인 것이며, 이러한 분석용 칼럼을 보호하기 위한 가드 칼럼(guard column)이 사용되기도 한다. 가드 칼럼은 5~10 cm 정도의 길이이며 분석 칼럼의 수명을 연장시키고, 오염물질을 제거하는 역할을 한다. 보통 가드칼럼은 분석용 칼럼과 같은 충진제를 사용하며 분석용 칼럼 앞단에 설치한다. 칼럼의 내경에 따른 이동상의 최적유량은 칼럼의 제조사마다 다르며 다음은 일반적인 최적 유속을 나타낸 것이다.

내경(mm)	길이(cm)	유량	
		입경(5 um)	입경(3 um)
4.0~4.6	3~25	1.0~2.0	-
4.0~4.6	3~10	-	2.0~4.0
3.2	4~0	0.5	0.7
2.1	15~30	0.2	0.3
1.0	3~10	0.05	0.07

(바) 검출기

HPLC에 사용되는 검출기로는 자외선-가시광선검출기(ultraviolet-visible detector), 굴절율검출기(refractive index detector), 전기화학검출기(electrochemical detector), 형광검출기(fluorescence detector), 전기전도도검출기(electrical conductivity detector), 질량분석계(mass spectrometer) 등 여러 종류가 있으나, 노출 농도 측정시료에 주로 사용하는 검출기는 자외선-가시광선검출기와 형광검출기이다.

① 자외선-가시광선검출기

HPLC 검출기 중에서 가장 많이 사용되는 검출기로서 분석대상물질이 자외선-가시광선 영역에서 흡수하는 에너지의 양을 측정하는 검출기이다. 광원에서 특정파장의 빛이 광로를 거쳐 검출기 셀 내의 시료에 투사되면 특정파장의 빛이 시료에 의해 흡수된다. 검출기에서는 이러한 빛의 흡수량을 전기적 신호로 나타내어 이 신호의 크기로서 시료의 정량분석이 이루어진다.

② 형광검출기

분자는 외부로부터 에너지를 흡수하면 들뜬상태(exciting state)로 되었다가 안정화되기 위해 에너지를 방출하면서 기저상태(ground state)로 돌아가려는 성질을 가지고 있는데, 이러한 과정에서 빛이나 열 또는 소리 등을 발생시킨다. 형광검출기는 이러한 에너지 평형상태 중 형광을 발생하는 화합물을 특이적으로 검출하는 검출기로서 자외선-가시광선 검출기와 같은 흡광도검출기에 비해 10~100배 이상의 좋은 감도를 가진다.

(3) 조작방법

(가) 설치조건

① 설치장소는 진동이 없고, 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리하게 할 수 있으며, 부식가스나 먼지가 적고 상대습도 85%이하의 직사광선이 비춰지지 않는 곳이 적절하다.

② 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 ±10%이내로서 주파수변동이 없어야 한다.

③ 대형변압기, 고주파 가열로와 같은 것으로부터 전자기 유도를 받지 않아야 하고, 접지저항은 10 Ω 이하이어야 한다.

(나) 분석을 위한 장비의 가동

① 각 분석 방법에 규정된 내용과 기기회사의 권고내용을 참고하여 기기의 조건을 설정하고 최적화시킨다.

② 분석시스템의 바탕선(base line)의 안정상태를 확인한다.

③ 시료를 주입하여 분석하고자 하는 물질이 다른 물질과 완전히 분리가 일어나는지 여부를 확인한 다음 실제 시료분석을 실시한다.

(4) 정성 및 정량분석

(가) 전체시스템을 작동시켜 유속을 1~2 mL/분으로 고정시킨 다음 이동상 용매를 흘려 보내면서 펌프의 압력 및 검출기의 신호가 일정하게 유지될 때까지 기다린 다음, 기기의 바탕선이 안정화 되면 각 분석 방법에서 규정한 표준용액조제방법을 참고하여 표준용액을 조제한 다음 이를 기기에 주입하여 검량선을 작성한다.

(나) 검량선 작성 후 실제 시료 등을 주입하여 정성 및 정량분석을 실시한다.

(다) 검출한계는 분석기기의 검출한계와 분석 방법의 검출한계로 구분되며, 분석기기의 검출한계라 함은 최종시료 중에 포함된 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 의미하고, 분석 방법의 검출한계라 함은 노출 농도 측정 시료 중에 포함된 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 의미하며, 구하는 요령은 가스크로마토그래피법에서 규정한 방법과 동일하다.

6.5 분광광도계

(1) 원리 및 적용범위

일반적으로 빛(백색광)이 물질에 닿으면 그 빛은 물질이 표면에서 반사, 물질의 표면에서 조금 들어간 후 반사, 물질에 흡수 또는 물질을 통과하는 빛으로 나누어지는데, 물질에 흡수되는 빛의 양(흡광도)은 그 물질의 농도에 따라 다르다. 분광광도계는 이와 같은 빛의 원리를 이용하여 일정한 파장에서 시료용액의 흡광도를 측정하여 그 파장에서 빛을 흡수하는 물질의 양을 정량하는 원리를 갖는 분석기기이다. 사용하는 파장대는 주로 자외선(180~320 nm)이나 가시광선(320~800 nm) 영역이다.

(2) 주요 구성

분광광도계는 광원, 파장선택장치, 시료용기(큐벳 홀더, cuvette holder), 그리고 검출기와 지시기로 구성되어 있다.

(가) 광원

① 시료 중에 존재하는 흡광물질의 농도를 측정하는데 필요한 일정한 파장의 빛을 낼 수 있어야 한다.

② 대부분의 분광광도계는 가시광선 범위의 분석에는 텅스텐을 사용하고, 자외선 범위의 분석에는 수소 등을 사용한다.

(나) 파장선택장치

프리즘이나 회절격자와 같은 단색화 장치가 있어 원하는 파장범위의 빛을 시료에 투과할 수 있도록 해야 한다.

(다) 시료용기부

시료용액의 흡광도가 측정되는 곳으로 파장선택장치로부터 나온 일정한 파장의 빛에 의하여 시료가 조사되는 장소로, 외부로부터 빛이 완전히 차단될 수 있어야 한다.

① 두 개 이상의 큐벳을 사용할 때에는 표준화된 한 벌의 큐벳을 사용해야 한다. 표준화된 큐벳이란 빛의 50%를 통과시키는 용액에 대하여 큐벳사이의 흡광도 차이가 1% 이하인 것을 말한다.

② 큐벳은 항상 큐벳홀더의 정위치에 위치시켜야 한다.

③ 큐벳에 여러 종류의 흠이 있거나 지문, 용매 등이 묻어 있을 수 있는데, 이들 역시 흡광도에 영향을 미치기 때문에 조심스럽게 잘 닦은 후 사용하도록 해야 한다.

(라) 검출기와 지시기

시료용액을 통과한 빛 에너지를 전기에너지로 변환하여 시료용액의 흡광도를 나타낼 수 있어야 한다.

(3) 조작방법

(가) 설치조건

① 설치장소는 진동이 없고, 분석에 사용되는 유해물질을 안전하게 처리하게 할 수 있으며, 부식가스나 먼지가 적고 상대습도 85%이하의 직사광선이 비춰지지 않는 곳이 적절하다.

② 공급전원은 지정된 전력용량 및 주파수이어야 하고, 전원변동은 지정전압의 ±10% 이내로서 주파수변동이 없어야 한다.

③ 대형변압기, 고주파 가열로와 같은 것으로부터 전자기 유도를 받지 않아야 하고, 접지저항은 10 Ω 이하이어야 한다.

(나) 분석을 위한 장비의 가동

① 각 분석 방법에 규정된 내용과 기기회사의 권고내용을 참고하여 기기의 조건을 설정하고 최적화시킨다.

② 분석시스템의 바탕선(base line)의 안정상태를 확인한다.

③ 시료를 주입하여 분석하고자 하는 물질의 흡광도가 적정한지를 확인한 다음 실제 시료분석을 실시한다.

(4) 정성 및 정량분석

(가) 전체시스템을 작동시켜 최적화 시킨 후, 각 분석 방법에서 규정한 대로 바탕 공시료와 표준용액을 조제한다.

(나) 바탕 공시료를 시료용기(cuvette)에 넣고 투광도가 100%되게 조절한다.

(다) 표준용액을 농도순서에 따라 차례로 시료용기에 넣고 흡광도를 측정한 다음 검량선을 작성한다.

(라) 검량선 작성 후 현장시료를 넣어 분석한 후 검량선으로부터 농도를 구한다.

(마) 검출한계는 분석기기의 검출한계와 분석 방법의 검출한계로 구분되며, 분석기기의 검출한계란 최종시료 중 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하고, 분석 방법의 검출한계란 노출 농도 측정 시료 중에 포함된 분석대상물질을 검출할 수 있는 최소량을 말하며, 구하는 요령은 가스크로마토그래피법에서 규정한 방법과 동일하다.

6.6 위상차현미경

(1) 원리 및 적용범위

위상차현미경은 표본에서 입자를 투과한 빛과 투과하지 않은 빛 사이에서 발생하는 미세한 위상의 차이를 진폭의 차이로 바꾸어 현미경 표본 내의 얇고 투명한 입자를 높은

명암비로 또렷하게 관찰할 수 있도록 고안된 광학현미경의 한 종류인 분석기기이다. 허용기준 대상 유해인자 중 석면의 공기 중 섬유농도 정량분석에 적용한다.

(2) 주요 구성

Köhler 조명을 잘 구현할 수 있는 투과조명방식이며 Binocular 타입 이상의 현미경을 사용한다.

(가) 광원

① 표본을 밝고 균일하게 조명하기위한 것으로 30W 이상의 할로겐램프을 사용한다.

② 광원 상에 그린필터(λ≒530 ㎚) 또는 블루필터가 장착되어 있어야 한다.

(나) 집광기

① 표본의 일정부위를 빛을 모아 일정한 개구수로 조명하기 위한 것으로 대물렌즈의 개구수보다 큰 개구수를 갖는 것을 사용한다.

② 시야 상에서 40배 대물렌즈의 위상판 고리 이미지와 중첩되는 크기의 집광고리가 있는 것을 사용한다.

(다) 재물대

X, Y-축으로 이동 가능한 형태로 슬라이드 고정을 위한 표본고정 클립이 있는 것을 사용한다.

(라) 대물렌즈

위상차 이미지 구현을 위해 위상차판이 삽입되어 있는 확대배율 40배의 위상차대물렌즈로 개구수가 0.65~0.75인 것을 사용한다.

(마) 대안렌즈

① Wide-eyefield 또는 Huygenian 타입의 10배 배율의 렌즈를 사용해야 한다.

② Walton-Beckett 그래티큘 삽입이 가능한 형태의 렌즈여야 한다.

(바) Walton-Beckett 그래티큘

① 400배 배율로 관찰 시 시야 상 그래티큘 원의 지름이 100±2 ㎛를 만족해야 한다.

② 원의 지름 선상에 수직으로 3 ㎛와 5 ㎛의 스케일이 있어 섬유의 크기를 쉽게 가늠할 수 있어야 한다.

③ 그래티큘 원 주위에 섬유의 길이를 가늠할 수 있는 있는 5, 10, 20 ㎛의 선과 길이 대 지름의 비 3:1의 섬유 형태가 인쇄되어 있는 그레티큘을 사용해야 한다.

(3) 조작방법

(가) 설치·운반조건

① 현미경의 설치장소는 바닥이 평평하며 진동이 없고, 먼지가 발생하지 않는 곳에 설치하도록 한다.

② 현미경을 옮길 때에는 광학계에 충격이 가지 않도록 한손으로는 지지 손잡이(Arm)를 잡고 한손으로는 현미경 바닥을 받치고 옮긴다.

(나) 분석을 위한 장비의 가동

① 위상차현미경의 좋은 이미지 관찰을 위하여 Köhler illumination을 구현하여 기기의 조건을 설정하고 최적화시킨다.

② HSE/NPL 터스트 슬라이드를 이용하여 현미경의 해상도를 확인한다.

③ 스테이지 마이크로미터(stage micrometer, 0.01㎜/div 이상)를 이용하여 Walton-Beckett 그래티큘의 지름을 측정하여 계수면적을 계산한다.

(4) 계수분석

(가) 길이가 5 ㎛보다 크고 길이 대 넓이의 비가 3:1 이상인 섬유만 계수한다.

(나) 섬유가 계수면적 내에 있으면 1개로, 섬유의 한쪽 끝만 있으면 1/2개로 계수한다.

(다) 계수면적 내에 있지 않고 밖에 있거나 계수면적을 통과하는 섬유는 세지 않는다.

(라) 섬유다발뭉치는 각 섬유의 끝단이 뚜렷이 보이지 않으면 1개로 계수하고, 뚜렷하게 보이면 각각 계수한다.

(마) 100개의 섬유가 계수될 때 까지 최소 20개 이상 충분한 수의 계수면적을 계수하되, 계수한 면적의 수가 100개를 넘지 않도록 한다.

7. 유해인자 허용기준 이하 유지 유해인자에 대한 작업환경측정 및 분석 방법

7.1 6가 크롬 화합물

7.1.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 6가크롬[18540-29-9] 화합물(Chromium VI compounds) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.1.2 시료채취

(1) 시료채취기

PVC 여과지(직경 : 37 ㎜, 공극 : 5.0 ㎛, polyvinyl chloride membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1~4 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성 튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(1~4 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성 튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 1 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
1~4	1[주1)]	400

주1) 작업장의 공기 중 6가크롬 농도가 0.05 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 실험실로 운반하여 냉장보관 한다. 분석은 시료채취 후 2주 이내에 분석하도록 한다. 시료의 안정성은 실온에서는 2주, 냉장보간 시는 4주간 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 6가 크롬 도금공정에서 채취된 시료는 시료채취 후 즉시 여과지를 꺼내 바이엘에 넣고 추출용액(2% 수산화나트륨/3% 탄산나트륨) 5㎖를 첨가하여 여과지를 완전히 적신 후 마개로 밀봉하여 냉장보관 한다.

(나) 스테인리스강(stainless steel) 용접공정에서 채취된 시료의 경우는 시료채취 후 8일 이내에 분석하도록 한다.

7.1.3 분석

(1) 분석기기

전도도검출기 또는 분광 검출기가 장착된 이온크로마토그래피로 분석한다.

(2) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 6가 크롬 표준용액을 사용한다.

(3) 추출용액

2%수산화나트륨/3% 탄산나트륨 : 1 L 용량플라스크에 20 g의 수산화나트륨(NaOH)과 30 g의 탄산나트륨($Na2CO_3$)을 넣고 초순수로 녹인 후 눈금이 정확히 1 L가 되게 제조한다.

(4) 용리액(eluent)

(가) 전도도 검출기 : 7.0 mM 탄산나트륨/0.5 mM 수산화나트륨

4 L 용량플라스크에 탄산나트륨 2.97 g을 초순수로 녹인 후 0.1 M 수산화나트륨(8 g/L) 20 ㎖를 넣는다. 초순수로 용량플라스크의 눈금까지 채운다.

(나) 분광 검출기 : 250mM 황산염/200 mM 수산화암모늄

1 L 용량플라스크에 황산암모늄 33 g을 초순수로 녹인 후 수산화암모늄 6.5 ㎖를 넣는다. 초순수로 용량플라스크의 눈금까지 채운다.

(5) 발색시약 용액(post-column reagent)

2 mM 1,5-디페닐카바자이드/10% 메탄올/1N 황산을 제조하여 사용한다.

(가) 1,5-디페닐카바자이드(1,5-diphenylcarbazide) 0.5 g을 100 ㎖ 용량플라스크에 넣어 메탄올로 녹인 후 눈금까지 채운다.

(나) 1 L 용량플라스크에 초순수를 넣고 황산($H2SO4$) 28 ㎖를 첨가하고 (가)용액을 넣은 후 1 L가 되도록 눈금까지 채운다.

(6) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 6가 크롬 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 6가 크롬 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 PVC 여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(7) 시료 전처리

(가) 시료채취기로부터 필터를 핀셋을 이용해 꺼낸 후 50 ㎖ 비커에 넣고, 추출용액을 5.0 ㎖ 첨가한다. 바이엘에 추출용액으로 담구어 운반 보관한 시료는 필터와 용액을 50 ㎖ 비커에 넣은 후 추출용매로 바이엘을 2~3번 헹구어 비커에 담는다.

① 시료에 Cr(III)이 존재한다면 비커에 담긴 시료용액에 질소가스를 5분 정도 불어(버블링) 넣어준다.

② 수용성 6가 크롬화합물만 존재 한다면 추출용매 대신 초순수를 사용할 수 있다.

③ 작업장 공기 중에 철, 구리, 니켈, 또는 바나듐이 존재하여 시료채취가 6가 크롬화합물과 동시에 채취된다면 분석과정에서 방해물질로 작용할 수 있다. 이러한 방해물질의 영향은 알카리 추출방법을 사용함으로써 최소화시킬 수 있다.

(나) 비커에 유리덮개를 덮고 100~135 ℃ 정도의 가열판위에서 45분 정도 가끔 흔들어 주면서 가열시킨다.

① 시료용액을 너무 오랫동안 가열하여 완전히 증발시키거나 건조시키면 안 된다. 여과지의 색깔이 갈색으로 변할 정도로 가열하면 Cr(VI)이 PVC 여과지와 반응하여 손실될 수 있으므로 주의한다.

② 페인트 스프레이 공정에서 채취한 6가 크롬화합물 경우 90분 이상 가열이 필요할 수도 있다.

(다) 용액을 식힌 후 10~25 ㎖의 용량플라스크에 옮긴다. 이때 초순수로 비커를 2~3번 헹구어 시료손실이 없도록 한다.

(8) 검량선 작성과 정도관리

(가) 시료농도(0~250 ㎍/시료) 범위가 포함될 수 있도록 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 25 ㎖ 용량플라스크에 추출용액 5 ㎖를 넣고 일정량의 6가 크롬 표준용액을 첨가한 후 초순수로 최종부피가 25 ㎖가 되게 하는 방식으로 조제토록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 시험시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(9) 기기분석

이온크로마토그래피를 작동시켜 기기를 최적화 시킨 후 측정하도록 한다.

(가) 분석조건

① 전도도 검출기 사용

칼럼	Dionex HPIC-AG5 guard, HPIC-AS5 separator, anion suppressor
시료주입량	50 ㎕
전도도 설정	1 us full scale
용리액	7.0 mM Na2CO3/0.5 mM NaOH, Na2CO3
유량	2 ㎖/분

② 분광 검출기 사용

칼럼	IonPac NG1 guard, IonPac AS7 separator, anion suppressor
시료주입량	50~100 ㎕
유량	1.5 ㎖/분
용리액	250 mM (NH4)2SO4 + 100 mM NH4OH
발색용액	2 mM 1,5-diphenylcarbazide/10% MeOH/1N H2SO
발색용액 유량	0.5 ㎖/분
파장	540 ㎚

(나) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.02 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.174이다.

(10) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 6가 크롬 및 그 화합물의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 6가 크롬 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 6가 크롬 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.2 납 및 그 무기화합물

7.2.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 납[7439-92-1] 및 그 무기화합물(Lead and its inorganic compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.2.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜, 공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1~4 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～4 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성 튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석대상 물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
1～4	200	1500

주1) 작업장의 공기 중 납의 농도가 0.05 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.2.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate), 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 납 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 납 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 납 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개로 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판 위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해 질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때 까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 납 농도 및 산 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 회화 용기(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다.

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 가열 블록과 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산 농도와 동일하게 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 283.3 ㎚에서 배경보정상태로 납 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 283.3 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

① 작업장 공기 중에 칼슘(calcium), 황산염(sulfate), 인산염(phosphate), 요오드화물(iodide), 불화물(fluoride), 또는 아세테이트(acetate)가 고농도로 존재하는 작업장에서 채취된 시료를 AAS로 분석할 때는 분석장비의 배경보정(background correction)을 실시하는 것이 좋다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 납의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.6 ㎍/시료(ICP, Microwave Digestion)와 2.6 ㎍/시료(AAS, 가열판)이며, 시료채취분석오차는 0.171(ICP 분석), 0.176(AAS 분석)이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 납 및 그 무기화합물의 농도를 계산한다.

$$C,\ \text{㎎/㎥} = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 납 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖

주3) 공시료에서 납 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.3 니켈(불용성 무기화합물)

7.3.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 니켈[7440-02-0] 화합물(불용성 무기화합물로 한정한다)(Nickel and its insoluble inorganic compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

국문명	영문명	화학식	CAS No.
탄산니켈	Nickel carbonate	$NiCO_3$	235-715-9
수산화니켈	Nickel hydroxide	$Ni(OH)_2$	-
니켈(II)산화물	Nickel monoxide	NiO	-
황화니켈	Nickel sulphide	NiS	-
니켈황화물	Nickel subsulphide	Ni3S2	12035-72-2

7.3.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜,공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1~3 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1~3 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석대상물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다. 따라서 이러한 경우가 발생하지 않도록 적정량의 시료를 채취하도록 해야 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
1~3	5	1000

주1) 작업장의 공기 중 니켈농도가 1 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.3.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate) 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 니켈 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 니켈 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 니켈 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해 질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 니켈 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 베셀(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다.

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되게 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산 농도와 동일하게 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 시험시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 232.0 ㎚에서 배경보정상태로 니켈 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 232.0 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 니켈의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.010 ㎍/시료(ICP)와 0.16 ㎍/시료(AAS)이며, 시료채취분석오차는 0.116(ICP 분석), 0.264(AAS 분석)이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 니켈(불용성 무기화합물)의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 니켈 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 니켈 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.4 니켈카르보닐

7.4.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 니켈카르보닐(Nickel carbonyl; 13463-39-3)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.4.2 시료채취

(1) 시료채취기

프리필터 및 고체흡착관(low Ni charcoal, 120mg/60mg; 막여과지(직경 : 37 ㎜,공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.05~0.2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기 등 동등 이상의 성능의 유량기를 사용하여 적정유량(7~80 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 프리필터를 장착한다. 유연성 튜브를 이용하여 흡착튜브와 프리필터를 시료채취 펌프에 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(가) 프리필터(prefilter) 없이 시료를 채취할 경우, 입자상 니켈화합물이 방해작용을 할 수 있다. 짧은 플라스틱 튜브로 흡착튜브와 프리필터를 연결한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
0.05~0.2	7	80

주1) 작업장의 공기 중 니켈카보닐 농도가 1 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 실온에서 17일 저장시 95% 안정하다.

7.4.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 흑연로가 장착된 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate) 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 니켈 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한 과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한 염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 니켈 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 니켈 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해 질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때 까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 니켈 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 베셀(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다.

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되게 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산 농도와 동일하게 한다.

② 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

③ 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 시험시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

④ 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 흑연로가 장착된 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 232.0 ㎚에서 배경보정상태로 니켈 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 232.0 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 니켈의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.010 ㎍/시료(AAS)이며, 시료채취분석오차는 0.264(AAS 분석)이다.

(9) 농도

채취된 공기부피(V)에서 검출된 니켈카르보닐의 농도(C)를 다음 식에 의하여 계산한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 2.91}{V \times DE}$$

C : 분석물질의 최종 농도(mg/m^3)
W_f : 시료 앞 층의 양(㎍)
W_b : 시료 뒤 층의 양(㎍)
B_f : 공시료 앞 층의 양(㎍)
B_b : 공시료 뒤 층의 양(㎍)
2.91 : 니켈의 양을 니켈카르보닐의 양으로 환산하기 위한 계수
V : 공기채취량(L)
DE : 탈착효율

7.5 디메틸포름아미드

7.5.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 디메틸포름아미드(Dimethylformamide; 68-12-2)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.5.2 시료채취

(1) 시료채취기

실리카겔관(silica gel 150 ㎎/75 ㎎, 또는 동등 이상의 흡착성능을 갖는 흡착튜브)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～1 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～1 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 실리카겔관과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 흡착제로 사용되는 실리카겔은 흡습성이 높은 물질이다. 따라서 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 디메틸포름아미드의 흡착을 방해 할 수 있다.

시료채취			파과 시 농도 및 채취공기량[주1)]	
유량(L/분)	총 량(L)			
	최소	최대	채취공기량(L)	농도(㎎/㎥)
0.01～1	15	80	159	46.22

주1) OSHA의 평가결과로 파과 기준은 5%임(46.22 ㎎/㎥에서 159 L 이상 포집 시 5%이상 파과).

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 실리카겔관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 25 ℃에서 약 5일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 디메틸포름아미드의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료 전달시 제공하여야 한다.

7.5.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 메탄올과 디메틸포름아미드를 사용한다.

① 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 실리카겔관과 공시료로 사용할 실리카겔관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 실리카겔관의 앞층 실리카겔에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 디메틸포름아미드의 원액 또는 메탄올에 희석된 디메틸포름아미드 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 실리카겔관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 실리카겔관 앞층과 뒷층의 실리카겔을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 메탄올을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 초음파 수욕조에 넣고 1시간 이상 초음파 처리를 한다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 디메틸포름아미드를 취해 메탄올에 넣어 혼합시킨 후 이를 메탄올로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 디메틸포름아미드의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 디메틸포름아미드 분석이 용이 하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- Capillary, 30 m x 0.32 ㎜ ID: 0.5 ㎛ film DB WAX
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 200 ℃
	검출기 : 250 ℃
	오븐 : 40 ℃(5분)~200 ℃(10 ℃/분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 디메틸포름아미드에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 50 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.117이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 디메틸포름아미드의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 73.10^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 디메틸포름아미드의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 디메틸포름아미드의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 디메틸포름아미드의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 디메틸포름아미드의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 디메틸포름아미드의 분자량

7.6 디클로로메탄

7.6.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 디클로로메탄(Dichloromethane; 75-09-2)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.6.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg)2개를 연결하여 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.2 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관 2개를 양 끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 짧게 연결하고 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프와 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취 총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 흡착제로 사용되는 활성탄관은 습도가 높을 경우 흡착용량이 크게 감소할 있다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.01～0.2	0.5	2.5

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.6.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 디클로로메탄을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 디클로로메탄의 원액 또는 이황화탄소에 희석된 디클로로메탄 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 2개의 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 초음파 수욕조에 넣고 1시간 이상 초음파 처리를 한다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 디클로로메탄을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 디클로로메탄의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 디클로로메탄 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- Capillary, 30 m x 0.32 ㎜ ID: 0.5 ㎛ film DB WAX
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 220 ℃
	검출기 : 250 ℃
	오븐 : 40 ℃(5분)~200 ℃(10 ℃/분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 디클로로메탄에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.4 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.158이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 디클로로메탄의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 84.93^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 디클로로메탄의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 디클로로메탄의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 디클로로메탄의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 디클로로메탄의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 디클로로메탄의 분자량

7.7 1,2-디클로로프로판

7.7.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 1,2-디클로로프로판(1,2-Dichloro propane; 78-87-5)노출 농도의 허용기준 초과 여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.7.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 100 mg/50 mg) 또는 Anasorb 관(140 mg/70 mg)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.2 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관(또는 Anasorb 관)의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 펌프와 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취			
유량(L/분)	총 량(L)		
	최소	최대	
0.01～0.2	5	30	활성탄
	2	30	Anasorb

(6) 시료 운반, 시료 안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관(또는 Anasorb관)의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관(또는 Anasorb관)의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 물질상호간의 간섭, 높은 습도에 의해 시료파과 공기량 또는 탈착효율에 영향을 미칠 수 있다.

7.7.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID, 활성탄관) 또는 전자포획검출기(ECD, Anasorb 관)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 아세톤, 시클로헥산, 1,2-디클로로프로판을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관(또는 Anasorb관)과 공시료로 사용할 활성탄관(또는 Anasorb관) 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관(또는 Anasorb관)의 앞층에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 1,2-디클로로프로판의 원액 또는 이황화탄소에 희석된 1,2-디클로로프로판 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관(또는 Anasorb관)은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관(또는 Anasorb관)의 앞층과 뒷층을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 1.0 mL의 이황화탄소 또는 15%아세톤을 함유한 시클로헥산을 넣고 즉시 마개를 막아 밀봉한다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 1,2-디클로로프로판을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 1,2-디클로로프로판의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 1,2-디클로로프로판의 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- Capillary, 30 m x 0.32 ㎜ ID: 0.5 ㎛ film DB WAX	
시료주입량	1 ㎕	
운반가스	질소 또는 헬륨가스	
온도조건	시료도입부	FID : 220℃, ECD : 280℃
	검출기	FID : 230℃, ECD : 300℃
	오븐	FID : 70℃(8분), ECD : 60℃(10분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 1,2-디클로로프로판에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 5.7㎍/mL(활성탄관), 2.3㎍/mL(Anasorb 관)이며, 시료채취분석오차는 0.100(활성탄관), 0.155(Anasorb관)이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 1,2-디클로로프로판의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 112.99^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 1,2-디클로로프로판의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 1,2-디클로로프로판의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 1,2-디클로로프로판의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 1,2-디클로로프로판의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 1,2-디클로로프로판의 분자량

7.8 망간

7.8.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 망간[7439-96-5] 및 그 무기화합물(Manganese and its inorganic compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.8.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜, 공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(2L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(2L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석대상물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
2	480	960

주1) 작업장의 공기 중 망간의 농도가 0.02 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.8.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate), 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 망간 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한 질산과 진한 과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한 질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한 질산 또는 진한 염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 망간 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 망간 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개로 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판 위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해 질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때 까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 납 농도 및 산 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 베셀(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다.

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 가열 블록과 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산 농도와 동일하게 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 279.5㎚에서 배경 보정상태로 망간 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 279.5 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

① 작업장 공기 중에 칼슘(calcium), 황산염(sulfate), 인산염(phosphate), 요오드화물(iodide), 불화물(fluoride), 또는 아세테이트(acetate)가 고농도로 존재하는 작업장에서 채취된 시료를 AAS로 분석할 때는 분석장비의 배경보정(background correction)을 실시하는 것이 좋다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 망간의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.002 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.120(ICP), 0.132(AAS)이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 망간 및 그 무기화합물의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 망간 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 망간 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.9 메탄올

7.9.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 메탄올(Methanol; 67-56-1)노출농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.9.2 시료채취

(1) 시료채취기

두 개의 흡착관(Anasorb 747튜브, 앞 400 mg와 뒤 200mg)을 실리콘 튜브로 연결하여 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.02~0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(0.02~0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 흡착관(Anasorb 747튜브)의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 합착관과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프 유량 및 채취 총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료 채취 시간을 조절하여 시료 채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.05	0.75	5

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며,

시료보관 시의 시료 안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 메탄올의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료 전달시 제공하여야 한다.

7.9.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 디메틸설폭사이드(Dimethyl sulfoxide, HPLC grade)를 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 흡착관과 공시료로 사용할 흡착관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 흡착관의 앞층에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 물로 희석된 메탄올 원액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 흡착관의 앞층과 뒷층을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 3.0 ㎖의 이황화탄소와 디메틸포름아미드를 50:50으로 혼합한 용액을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도 범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 메탄올을 취해 탈착액(이황화탄소와 디메틸포름아미드를 50:50으로 혼합한 용액)에 넣어 혼합시킨 후 이를 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 메탄올의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재 여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 메탄올 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, 30m×0.53mmID, 3μm film 35%diphenyl-65%dimethyl polysilozane, RtxTM-35or equivalent
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 220 ℃
	검출기 : 250 ℃
	오븐 : 40 ℃(5분)~200 ℃(10 ℃/분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 메탄올에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.93 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.1027이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 메탄올의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 32.04^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 메탄올의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 메탄올의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 메탄올의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 메탄올의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 벤젠의 분자량

7.10 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트)

7.10.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트)[Methylene bis(phenyl isocya nate); 101-68-8 등]노출 농도의 허용기준 초과 여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.10.2 시료채취

(1) 시료채취기

1-2PP(1-(2-pryridyl)piperazine))이 코팅된 유리섬유여과지가 장착된 37 ㎜ 3단 카세트 홀더를 사용한다.

(가) 디클로로메탄에 1-2PP를 첨가하여 0.2 ㎎/㎖ 농도로 조제한다.

(나) (가) 용액 0.5 ㎖를 취하여 37 ㎜ 유리섬유 여과지의 시료채취 면에 골고루 도포한다.

(다) 상온에서 공기를 건조시킨 후 진공오븐에 넣고 진공을 가해 용매인 디클로로메탄이 완전히 제거되도록 한다.

① 처리가 끝난 여과지는 사용 전 까지는 반드시 냉장보관 하도록 한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1～2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～2 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 채취총량은 작업장의 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트) 추정농도를 고려하여 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 작업장 공기 중에 아민류(amines), 알콜류, 그리고 카르복실산류 등과 같이 1-2PP와 반응할 수 있는 물질이 존재하면 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트)와 경쟁하게 되므로 간섭물질로 작용할 수 있다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
1~2	15	480

(6) 시료 운반, 시료 안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 3단 카세트의 마개를 막고 햇빛으로부터 차단하여 실험실로 운반한다. 시료는 냉장보관을 하도록 하며 시료채취 전의 1-2PP가 코팅된 유리섬유 여과지가 장착된 3단 카세트(시료채취기)는 반드시 냉장보관 하도록 한다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기를 사용하며(3단 카세트가 모두 체결된 상태로 공기유입구와 출구가 마개로 막힌 상태를 말함), 현장 공시료는 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반하여야 한다.

(나) 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트)의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.10.3 분석

(1) 분석기기

자외선-가시광선 검출기 또는 형광 검출기가 장착된 고성능액체크로마토그래피(HPLC)를 사용한다.

(2) 시약

메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI), 노말헥산(n-hexane), 아세토니트릴(acetonitrile, ACN), 디메틸설폭사이드(Dimethylsulfoxide, DMSO), 디클로로메탄(Dichloromethane), 암모늄 아세테이트(Ammonium acetate) 등 HPLC 등급의 시약을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 회수율 검증시료 제조

회수율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 회수율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지와 공시료용으로 사용할 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지 3개를 준비한다.

(나) 적당 무게의 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)를 디클로로메탄에 녹인 후 미량 주사기를 이용하여 유리섬유 여과지에 주입한다.

(다) 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 카세트 홀더에 들어 있는 유리섬유 여과지를 핀셋으로 꺼낸 후 37 ㎜ 이상의 바닥 직경을 가진 비커나 시료용기에 넣는다. 이때 유리섬유 여과지가 접히지 않도록 주의한다.

(나) 각 비커 또는 용기에 2.0 ㎖의 추출용액(ACN과 DMSO를 부피비 9:1로 혼합한 용액)을 놓고 즉시 밀봉하거나 마개로 막는다.

(다) 유리섬유 여과지와 용기바닥 사이에서 발생할 수 있는 기포를 제거하기 위해 약간 흔들어 준 후 1시간 정도 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 제조는 상업적으로 구매한 표준원액(메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)와 1,2-pp의 유도체화한 용액)으로 제조하거나 다음의 방법으로 제조하여 사용한다. 표준용액은 시료분석 때마다 만들어 사용한다.

① 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI) 0.5 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 25 ㎖가 되게 한다.

② 1-2PP 0.7 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 50 ㎖가 되게 한다.

③ 가)의 용액을 나)의 용액에 저으면서 서서히 첨가시키다. 용액 첨가가 끝나면 35 ℃에서 10분간 가열한다.

④ 용액의 부피가 10 ㎖ 정도 될 때 까지 가열이 끝나면 이 용액에 질소가스를 퍼지(purging)시킨다.

⑤ 퍼지(purging)가 끝난 용액에 노말헥산을 넣어 침전시킨다(노말헥산이 첨가되기 전에 약간의 침전이 일어날 수도 있다).

⑥ 침전물을 여과시킨 후 여과된 침전물에 소량의 디클로로메탄을 가하여 녹인 후 다시 노말헥산을 가하여 재침전시킨다.

⑦ 침전물을 다시 여과시킨 후 노말헥산으로 세척하고 진공건조 시킨다. 이렇게 하면 약 1 g의 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI) 유도체를 얻을 수 있다.

⑧ 디이소시아네이트 유도체 적당량을 DMSO에 녹여 표준원액(stock solution)을 만든다. 이 유도체안의 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI) 무게는 다음과 같다.

$$\frac{MDI\text{분자량}}{\text{유도체분자량}} = \frac{250.26}{576.71} = 0.4339$$

⑨ 아)에서 조제한 표준원액을 아세토니트릴 용매로 희석하여 원하는 농도의 표준용액을 조제한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(6) 기기분석

고성능액체크로마토그래피(HPLC)를 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)의 분석이 용이하도록 기기를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- Supecosil, LC-8-DB, 3 ㎛ particle size, 7.5 ㎝ x 4.6 ㎜; 2-㎝ guard column, 10 ㎛ particle size - Hypersil ODS 5 ㎛, 10 ㎝ x 4.6 ㎜ - 10 ㎛ Alltech C8, 25 ㎝ x 4.6 ㎜
시료주입량	10~25㎕
자외선-가시광선 검출기 사용시 파장	254 ㎚ 또는 313 ㎚
형광 검출기 사용시 파장	240 ㎚ excitation, 370 nm emission
이동상	0.01 M ammonium acetate in 37.5/62.6 ACN/water adjusted to pH 6.2
유량	1 ㎖/분

① 이동상 조제 방법: 아세토니트릴과 초순수를 부피비로 37.5 : 62.5로 혼합한 것을 용매로 사용하며, 아세트산암모늄 0.77 g을 약 500 ㎖의 혼합용매에 넣어 녹인 후 혼합용매를 추가해 최종용액 부피가 1 L가 되게 한 다음, 초산을 약간 가해 pH 6.2가 되게 한다.

(나) 현장시료, 회수율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.06 ng/시료이며, 시료채취분석오차는 0.396이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{W^{주1)} - B^{주2)}}{V^{주3)} \times RE^{주4)}} \times VE^{주5)}$$

주1) 시료에서 분석된 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)의 질량, ㎍
주2) 공시료에서 분석된 메틸렌비스페닐이소시아네이트(MDI)의 질량, ㎍
주3) 시료채취 총량, L
주4) 평균 회수율
주5) 추출용액의 양(mL)

7.11 베릴륨

7.11.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 베릴륨[7440-41-7] 및 그 화합물(Beryllium and its compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.11.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜,공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1~4 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(25~1000 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석대상물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다. 따라서 이러한 경우가 발생하지 않도록 적정량의 시료를 채취하도록 해야 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
1~4	25	1000

주1) 작업장의 공기 중 베릴륨 농도가 0.00005 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.11.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate) 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 베릴륨 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한 과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한 질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한 염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 베릴륨 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 베릴륨 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 베릴륨 채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 베릴륨 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 베셀(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한 질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다.

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되게 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료 속의 산 농도와 동일하게 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장 시료, 회수율 시험 시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 234.9 ㎚에서 배경 보정상태로 베릴륨 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 234.9 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 베릴륨의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.005 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.132이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 베릴륨의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 베릴륨 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 베릴륨 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.12 벤젠

7.12.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 벤젠(Benzene; 71-43-2)노출농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.12.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등 성능 이상의 흡착 성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관 안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 벤젠이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)[주1)]	
	최소	최대
0.01～0.20	5	30

주1) 8시간 시간가중평균으로 0.5 ppm 벤젠 농도 기준임.

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 벤젠의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.12.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피(GC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 벤젠을 사용한다.
(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 벤젠원액 또는 이황화탄소에 희석된 벤젠 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 벤젠을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 벤젠의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 벤젠분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- 2 m x 2 ㎜ ID glass column packed with 15% silicone on silanized, acid washed Chromosorb W - Capillary, fused silica: 30 m x 0.32 ㎜ ID: 1 ㎛ film 100% PEG
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 벤젠에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.5 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.114이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 벤젠의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 78.11^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 벤젠의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 벤젠의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 벤젠의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 벤젠의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 벤젠의 분자량

7.13 1,3-부타디엔

7.13.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 1,3-부타디엔(1,3-Butadiene; 106-99-0)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.13.2 시료채취

(1) 시료채취기

4-tert-butylcatechol(TBC)가 코팅된 흡착관(100mg/50mg) 을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.05 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(0.05 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

Pentane, methyl acetylene 및 vinylidene chloride는 크로마토그래피 상에서 고농도라면 방해가 될 수 있다. 또한, 다습한 상황(>80% RH)에서 1,3-부타디엔에 대한 시료채취 효율이 떨어질 수 있다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 채취총량은 3L로 흡착관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(6) 시료운반, 시료 안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 흡착관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 2주간 냉동 보관이 가능하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 1,3- 부타디엔의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.13.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 1,3-부타디엔을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 흡착관과 공시료로 사용할 흡착관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 1,3-부타디엔 원액 또는 이황화탄소에 희석된 1,3-부타디엔 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 흡착관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 흡착관의 앞층과 뒷층을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 1,3-부타디엔을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 1,3-부타디엔의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 1,3-부타디엔 분석이 용이 하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- 2 m x 2 ㎜ ID glass column packed with 15% silicone on silanized, acid washed Chromosorb W - Capillary, fused silica: 30 m x 0.32 ㎜ ID: 1 ㎛ film 100% PEG
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 200 ℃
	검출기 : 280 ℃
	오븐 : 95 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 1,3-부타디엔에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.6 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.128이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 1,3-부타디엔의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 54.09^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 1,3-부타디엔의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 1,3-부타디엔의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 1,3-부타디엔의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 1,3-부타디엔의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 1,3-부타디엔의 분자량

7.14 2-브로모프로판

7.14.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 2-브로모프로판(2-Bromopropane; 75-26-3)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.14.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 최대 12L이며, 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

※ 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관 안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 2-브로모프로판이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 약 15일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 2-브로모프로판의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.14.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 2-브로모프로판, 디메틸포름아미드를 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가) 에서 언급한 3개 농도수준이 포함될 수 있도록 2-브로모프로판 원액 또는 이황화탄소에 희석된 2-브로모프로판 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 탈착액(DMF 1% 함유한 CS_2)을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 표준용액으로 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 2-브로모프로판을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 탈착액으로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 2-브로모프로판의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 2-브로모프로판 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- Capillary, fused silica: 30 m x 0.32-mm ID: 1.8-um film phenyl/methyl polysiloxane, RTx-502.2
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 200 ℃
	검출기 : 250 ℃
	오븐 : 35 ℃(3분)~150 ℃(8 ℃/분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 2-브로모프로판에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.13 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.107이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 2-브로모프로판의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 123.00^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 2-브로모프로판의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 2-브로모프로판의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 2-브로모프로판의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 2-브로모프로판의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 2-브로모프로판의 분자량

7.15 브롬화 메틸

7.15.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 브롬화 메틸(Methyl bromide; 74-83-9)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.15.2 시료채취

(1) 시료채취기

2개의 흡착관(Anasorb 747, 앞층: 400 ㎎, 뒷층: 200 ㎎)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.05~0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.05~0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 2개의 흡착관을 직렬로 짧게 연결한후 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프와 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 흡착관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)[주1]	
	최소	최대
0.05~0.20	1	3

주1) 8시간 시간가중평균으로 1 ppm 브롬화메틸 농도 기준임.

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 4 ℃에서 약 14일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 브롬화 메틸의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.15.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피(GC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소, p-Cymene 그리고 브롬화메틸을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 흡착관의 앞층에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 브롬화메틸 원액 또는 이황화탄소에 희석된 브롬화메틸 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 흡착관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) Open-side vial rack에 4 mL 바이엘을 넣고 다시 tray에 담근 후 물을 2/3수준까지 채운다.

(나) Tray는 물이 얼 때까지 냉동실에 넣어둔다.

(다) 냉동된 바이알에 튜브 앞, 뒤층을 구분하여 각각 넣는다.

(라) 각 바이알에 2 mL의 탈착액을 넣고 즉시 마개를 막는다.(CS2를 첨가할 때 바이알은 반드시 얼음 속에 있어야 한다. 얼음은 흡착반응에서 발생하는 열로 인한 브롬화메틸의 증발 손실을 막아준다.)

(마) 30분간 규칙적으로 흔들어 준다.

(바) 탈착된 용액을 다시 2 mL 바이알에 옮겨 담는다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 표준원액 제조법

① 압력 용기안의 브롬화 메틸 가스를 테드라백에 주입한다. 이때 테드라백안의 공기는 완전히 브롬화 메틸 가스로 치환되어야 한다.

② 가스타이트 실린지로 브롬화 메틸 가스를 500 μL 취한다.

③ 탈착액(0.25 μL/mL p-cymene이 포함된 이황화탄소) 4 mL가 들어있는 바이엘에 바늘의 끝을 넣어서 서서히 주입한다.

④ 가스상 브롬화메틸의 농도(μg/mL)는 다음 식에 의해 구한다.

$$\mu g/mL = \frac{\mu L \text{ methylbromide}}{mL \text{ desorbing solution}} \times \frac{pressure}{760 \text{ mm}} \times \frac{298\ ^{\circ}K}{273\ ^{\circ}K + \text{temp. } ^{\circ}C} \times \frac{\mu mole}{24.45} \times \frac{94.95}{\mu mole}$$

pressure : 표준원액 제조 시의 압력
temp.℃ : 표준원액 제조 시의 실온
94.95 : 브롬화메틸의 분자량

(나) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 브롬화메틸의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재 여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 브롬화메틸 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	DB-WAX, 60 m × 0.32 mm ID × 0.5 μm film thickness 또는 동등 이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃(4분)~160 ℃(10 ℃/분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 브롬화 메틸에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.664 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.204이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 브롬화메틸의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 94.95^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 브롬화 메틸의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 브롬화메틸의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 브롬화 메틸의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 브롬화 메틸의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 브롬화 메틸의 분자량

7.16 산화에틸렌

7.16.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 산화에틸렌(Ethylene oxide; 75-21-8)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.16.2 시료채취

(1) 시료채취기

HBr이 도포된 흡착관(Anasorb 747 carbon beads, 100mg/50 mg)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 0.05 L/분 유량으로 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.05 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량은 0.05 L/분으로 0.75 L ~ 12 L의채취 총량으로 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 흡착관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.16.3 분석

(1) 분석기기

전자포획검출기(ECD)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 톨루엔, 아세토니트릴, 2-브로모에탄올, 1-브로모-4-플루오르벤젠을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 흡착관과 공시료로 사용할 흡착관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 흡착관의 앞층에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 흡착관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 탈착액 아세토니트릴/톨루엔 (1:1v/v) 혼합용액을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 추출용매에 2-브로모에탄올을 주입하여 표준원액을 만든다.

(나) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(다) 표준용액의 조제는 적당량의 벤젠을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(라) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(마) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(바) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 산화에틸렌의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 산화에틸렌 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	- : RestekRtx-Volatiles, 30m × 0.25mm × 1μm capillary column과동등 혹은 그 이상의 컬럼
시료주입량	1 $\mu\ell$
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 벤젠에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 9.5 ng/시료이며, 시료채취분석오차는 0.132이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 산화에틸렌의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 44.05^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 산화에틸렌의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 산화에틸렌의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 산화에틸렌의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 산화에틸렌의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 산화에틸렌의 분자량

7.17 석면

7.17.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 석면(제조·사용하는 경우만 해당한다)(Asbestos; 1332-21-4 등)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

석면 종류	화학식	CAS No.
백석면	$Mg_3(Si_2O_5)(OH)_4$	12001-29-5
갈석면	$(Mg,Fe)_7Si_8O_{22}(OH)_2$	12172-73-5
청석면	$Na_2Fe_{32}+Fe_{23}+Si_8O_{22}(OH)_2$	12001-28-4
트레모라이트-석면	$Ca_2(Mg,Fe)_5Si_8O_{22}(OH)_2$	77536-68-6
악티노라이트-석면	$Ca_2Mg_5(Si_8O_{22})(OH)_2$	77536-66-4
안소필라이트-석면	$(Mg,Fe)_7Si_8O_{22}(OH)_2$	77536-67-5

7.17.2 시료채취

(1) 시료채취기

셀룰로오즈 에스테르 막여과지(공극 : 0.45~1.2 ㎛, 직경 : 25 ㎜)와 패드가 장착된 길이가 약 50 ㎜의 전도성 카울(extension cowl)이 있는 3단 카세트(직경 25 ㎜)를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.5～16 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.5～16 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착 시킨다. 이 때 3단 카세트의 상단부 뚜껑을 열어(open face) 시료를 채취하며, 카세트의 열린 면이 작업장 바닥 쪽을 향하도록 한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 섬유계수의 정밀도를 높이기 위해 섬유밀도가 100～1,300 개/㎟이 되도록 유량과 채취시간을 조정한다. 참고가 되는 사항은 다음과 같다.

(가) 먼지가 많고 섬유농도가 0.1 개/cc정도에서는 1～4 L/분의 유량으로 8시간 동안 시료를 채취한다. 그러나 먼지가 많은 환경에서는 공기채취량을 400 L보다 적게 한다.

(나) 석면 농도가 높고 먼지가 많은 곳에서는 여과지를 여러 번 바꿔 연속 시료채취 한다.

(다) 간헐적으로 노출되는 경우, 고유량(7～17 L/분)으로 짧은 시간 동안 채취한다.

(라) 비교적 깨끗한 대기에서 석면의 농도가 0.1 개/cc보다 적으면 정량 가능한 양이 채취되도록 충분한 공기량(3,000～10,000 L)을 채취한다. 그러나 이때에도 여과지 표면적의 50% 이상이 먼지로 덮이지 않도록 해야 하며, 과대 먼지가 채취되면 계수 결과에 오차를 유발하게 된다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.5~16	400[주1)]	-[주2)]

주1) 공기 중의 농도가 약 0.1개/cc일 때 기준임
주2) 여과지필터면적(㎟)당 100 ~ 1,300개의 섬유가 채취되도록 시료채취 총량 결정

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 3단 카세트의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관 시 상온에서 보관하여도 시료는 안정하다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 3단 카세트의 상단 뚜껑을 열고 현장 채취시간과 동일한 시간대에 깨끗한 장소(상자나 가방)에 보관한다. 현장 시료채취가 끝나면 현장 공시료 역시 상단 뚜껑을 닫고 현장시료와 동일하게 취급하여 실험실로 운반한다.

(나) 시료운반 과정에서 시료채취기에 충격 등이 가해지면 시료의 손실이 발생할 수 있다.

(7) 주의사항

(가) 석면 이외의 섬유상 물질이나 입자상 물질이라 할지라도 체인상으로 연결된 경우 석면섬유와 구분이 쉽지 않으므로 계수에 방해물질로 작용할 수 있다.

(나) 석면 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질(유리섬유, 세라믹섬유, 암면, 기타 섬유상 물질 등)이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료 전달 시 제공하여야 한다.

7.17.3 분석

(1) 기기 및 시약

(가) 위상차현미경(PCM, phase contrast microscope)

대안렌즈(10x), 대물렌즈(40~45x), 구경수차(numerical aperture, 0.65~0.75), 그린필터(λ = 530 ㎚)를 사용한다.

(나) 시약

크로마토그래피 분석등급의 아세톤 및 트리아세틴을 사용한다.

(다) 슬라이드글라스 및 커버슬립

25 x 75 ㎜, 두께 1 ㎜의 슬라이드글라스를 사용하며, 커버슬립은 23 x 35 ㎜(대물렌즈에 맞는 두께 사용, 일반적으로, No. 1.5를 사용함)를 사용한다.

(라) 현미경 계수자

Walton-Beckett graticule(Type G-22)을 사용한다.

① 400배율 시야상에서 Walton-Beckett graticule의 지름은 100±2 ㎛의 크기여야 한다. 100 ㎛의 시야면적은 0.00785 ㎟이다.

② Walton-Beckett graticule의 지름은 스테이지 마이크로미터(stage micrometer, 0.01 ㎜ division)를 사용하여 측정한다.

(마) HSE/NPL 위상차 테스트 슬라이드

(바) 아세톤 증기화 장치

삼각플라스크(200～250 ㎖)에 유리관(길이 16～22 cm)이 연결된 고무마개를 끼운다. 이때 마개에 구멍을 뚫어 유리관을 플라스크 안으로 10～12 cm 정도 들어가게 하고, 고무관 밖의 유리관(8～10 cm)은 알코올램프를 사용하여 수평으로 20～30도 가량 구부린다. 아세톤 증기화 장치는 상품으로 상용화된 슬라이드글라스 투명화용 '가열 알루미늄블록(heated aluminium block)'을 사용해도 된다.

(2) 시료 전처리

(가) 슬라이드글라스와 커버슬립을 깨끗이 닦는다.

(나) 아세톤 증기화장치 안에 아세톤을 40～60 ㎖를 넣은 후 60～70 ℃정도로 가열한다.

(다) 아세톤 증기화 장치를 서서히 가열하여 아세톤을 끓인다.

① 아세톤 증기는 유리관을 통해 나오게 되는데, 이 증기는 폭발위험성이 있으므로 불꽃이 없는 가열판을 사용해야 하며, 반드시 흄후드 내에서 실험을 실시하도록 한다.

(라) 핀셋으로 필터의 가장자리를 잡고 3단 카세트에서 조심스럽게 꺼낸 후 시료를 채취한 면이 위쪽을 향하도록 슬라이드 글라스위에 올려놓는다.

(마) 수용 칼의 날을 따라 굴리듯이 움직여서 필터를 이등분한다(37 ㎜를 사용한 경우 여과지를 1/4등분한다)

(바) 절단한 필터를 올린 슬라이드를 아세톤 증기화장치의 증기가 나오는 부분에서 1~2 cm 정도 앞에서 2~5초간 증기를 쐬면 여과지가 투명하게 된다.

① 유리관을 통해 아세톤 증기가 충분하게 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 상태이며, 투명화 시키는 과정에서 아세톤이 여과지로 떨어지지 않도록 주의하고, 유리관 구멍은 주기적으로 닦아주도록 한다.

(사) 마이크로피펫을 사용하여 3~3.5 ㎕의 트리아세틴을 떨어뜨린다.

① 트리아세틴은 커버슬립을 덮었을 때 전체를 투명하게 채울 수 있는 양을 사용한다. 25 ㎜ 필터를 이등분하여 사용하는 경우 약 3~4 방울의 트리아세틴 양이 적당하다. 과량의 양을 사용하는 경우 필터에 채취된 섬유의 이동이 일어날 수 있으므로 주의한다.

(아) 커버슬립을 주의하여 비스듬하게 여과지 위에 기포가 생기지 않도록 얹는다.

① 커버슬립을 얹은 후 밀거나 과하게 누르면 필터에 채취된 섬유의 이동이 일어날 수 있으므로 주의한다.

(자) 커버슬립의 가장자리를 라커나 매니큐어로 칠하여 밀봉한다.

① 습도가 높은 곳에서 채취한 시료나 아세톤에 수분이 많은 경우 투명화가 느리게 진행되거나, 아세톤 증기가 슬라이드에 남아있을 경우 가열판의 온도를 50 ℃로 가열하여 아세톤 증기를 증발시킨다. 이때 온도가 너무 높으면 트리아세틴이 증발하여 기포가 생길 수 있으므로 주의한다.

(3) 분석과정

(가) 위상차 현미경의 위상차이미지 형성 조건을 위한 최적화를 시킨다.

(나) HSE/NPL 테스트슬라이드를 이용하여 위상차현미경의 분해능을 확인한다(매회 분석을 시작하기 전에 주기적으로 확인한다).

(다) 현미경 재물대에 전처리한 시료를 올려놓고 400배 또는 450배에서 초점을 조절하여 맞춘 후 다음 규정에 따라 석면섬유를 계수한다.

(라) 길이가 5 ㎛보다 크고 길이 대 넓이의 비가 3:1 이상인 섬유만 계수한다.

(마) 섬유가 계수면적 내에 있으면 1개로, 섬유의 한쪽 끝만 있으면 1/2개로 계수한다.

(바) 계수면적 내에 있지 않고 밖에 있거나 계수면적을 통과하는 섬유는 세지 않는다.

(사) 100개의 섬유가 계수될 때 까지 최소 20개 이상 충분한 수의 계수면적을 계수하되, 계수한 면적의 수가 100개를 넘지 않도록 한다.

(아) 섬유다발뭉치는 각 섬유의 끝단이 뚜렷이 보이지 않으면 1개로 계수하고, 뚜렷하게 보이면 각각 계수한다.

(자) 계수면적의 이동은 여과지의 한 끝에서 수평으로 반대 끝까지 간 다음, 수직으로 약간 움직여 다시 수평으로 이동시키면 된다.

① 첫 계수면적 선정 시 렌즈로부터 잠깐 눈을 돌린 후 재물대를 이동시켜 이를 선정한다.

② 전처리한 필터의 한부분에 치우치지 않게 전체적인 면적을 골고루 계수한다. 계수면적의 이동은 여과지의 한쪽 끝에서 반대 쪽 끝까지 계수하고, 수직으로 조금 움직여 다시 반대편 방향으로 계수한다.

③ 섬유덩어리가 계수면적의 1/6을 차지하면 그 계수면적은 버리고 다른 것을 선정한다. 버린 계수 면적은 총 계수면적에 포함시키지 않는다.

④ 계수면적을 옮길 때 계속해서 미세조정 손잡이로 초점을 맞추면서 섬유를 측정한다. 작은 직경의 섬유는 매우 희미하게 보이나 전체 석면계수에 큰영향을 미친다.

(4) 정도관리

(가) 시료채취 및 운반과정의 오염여부를 확인하기 위해 현장공시료를 분석하도록 한다.

(나) 실험실내의 오염이 의심되는 경우 실험실 공시료를 분석하도록 한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 7개/㎟이며, 시료채취분석오차는 0.300이다.

(5) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 석면(섬유)농도를 계산한다.

(가) 다음 식에 의하여 섬유밀도를 계산한다.

$$E^{주1)} = \frac{(F^{주2)}/nf^{주3)} - B^{주4)}/nb^{주5)})}{Af^{주6)}}$$

주1) 단위면적당 섬유밀도, 개/㎟
주2) 시료의 계수 섬유수, 개
주3) 시료의 계수 시야수
주4) 공시료의 평균 계수 섬유수, 개
주5) 공시료의 계수 시야수
주6) 석면계수자 시야면적, 0.00785 ㎟(graticule의 직경이 100 ㎛일 때)

(나) 공기중 석면(섬유) 농도

위에서 계산한 섬유밀도를 이용하여 다음과 같이 계산한다.

$$C^{주1)} = \frac{(E^{주2)})(Ac^{주3)})}{V^{주4)} \cdot 103}$$

주1) 개/cc
주2) 단위면적당 섬유 밀도
주3) 여과지의 유효 면적(실측하여 사용함)
주4) 시료공기 채취량(ℓ)

7.18 수은

7.18.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 수은[7439-97-6] 및 그 무기화합물(Mercury and its inorganic compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.18.2 시료채취

(1) 시료채취기

고체흡착튜브(hopcalite in single section, 200 mg)를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.15~0.25 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(0.15~0.25 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.15~0.25	2	100

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다(25℃, 30일). 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

① 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.18.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계법(Cold vapor)을 사용한다.

(2) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 수은 표준용액을 사용한다.

(3) 전처리 시약

(가) 크로마토그래피 분석 등급의 질산, 염산, 산화 수은

(나) 표준원액(Hg_2^+ 1,000μg/mL): 표준품을 구매 하거나, 산화수은(Mercuric oxide, HgO) 1.0798 g을 염산:증류수를1:1(v/v)로 혼합한 용액에 넣어 녹인 후 증류수로 1L가 되게 함.

(다) 중간 표준용액(1μg/mL): 1,000 μg/mL 표준원액 0.1mL를 취해 증류수 10mL가 들어 있는 100 mL 용량 플라스크에 넣은 후 염산 1mL를 넣는다. 증류수로 100 mL를 채운다(사용 시 매일 조제).

(라) 10%(w/v)염화 제1주석: 10% 시약을 구매하거나, 염화제1주석 20g을 100mL염산에 녹인다. 이 용액을100mL 증류수에 천천히 넣으면서 잘 혼합시킨다(사용 시 매일조제).

(마) 1%(w/v) 질산:질산 14mL에 증류수를 가하여 1L가 되게 한다.

(4) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장 시료의 수은 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 수은 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량 주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 고체흡착튜브에 주입한다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 고체흡착튜브에 주입하여 동일 농도 수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도 수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(5) 시료 전처리

(가) 흡착튜브의 흡착제(시료와공시료)를 50mL 용량 플라스크로 옮긴다. 질산 2.5mL를 넣은 후 염산 2.5mL를 넣는다(순서에 주의).

(나) 흡착제가 녹을 때까지 1시간 정도 방치한다(검은 갈색용액으로 변함).

(다) 증류수를 가하여 최종용량이 50 mL가 되게 한다(Blue~Blue green).

(라) 위 용액 20 mL를 취하여 80 mL 증류수가 들어있는 BOD 병에 넣는다(BOD 병에 주입 시 피펫팁의 위치는 BOD병의 물 표면 아래에 위치해야 함: 시료 이동 과정 중의 수은 손실방지).

(6) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(7) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(Cold vapor))의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 253.7 ㎚에서 배경 보정상태로 수은 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 253.7 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 수은의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.03 ㎍/시료 이며, 시료채취분석오차는 0.042다.

(8) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 수은의 농도를 계산한다.

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

C : 분석물질의 최종 농도(mg/m^3)
W : 시료 중 수은의 농도(μg)
Vs : 최초시료의 부피(mL,전처리7번에서 만들어진 용량, 50 mL)
Va : 분석에 사용한 시료의 부피(mL, 전처리 8번에서 사용된 용량, 20 mL)
B : 공시료 중 수은의 양(μg)
V : 공기채취량(L)
DE : 탈착효율

7.19 스티렌

7.19.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 스티렌(Styrene; 100-42-5) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.19.2. 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 1 L/분 이하 유량으로 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(1～14 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
1 이하	1	14

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 스티렌의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료 전달시 제공하여야 한다.

7.19.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피(GC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 스티렌을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 스티렌 원액 또는 이황화탄소에 희석된 스티렌 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 벤젠을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 스티렌의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 스티렌 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, fused silica, 30 m × 0.32 mm ID; 1.00 μm film 100% dimethyl polysiloxane또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 스티렌에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.4 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.132이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 스티렌의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 104.15^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 스티렌의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 스티렌의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 스티렌의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 스티렌의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 스티렌의 분자량

7.20 시클로헥사논

7.20.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 시클로헥사논(Cyclohexanone; 108-94-1)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.20.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료 채취를 한다.

(가) 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 시클로헥사논이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.01~0.20	1	10

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 시클로헥사논의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.20.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 시클로헥사논을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 시클로헥사논 원액 또는 이황화탄소에 희석된 시클로헥사논 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 시클로헥사논을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 시클로헥사논의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재 여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 시클로헥사논 분석이 용이 하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, DB-wax, fused silica capillary column 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 시클로헥사논에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.02 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.108이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 시클로헥사논의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 98.15^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 시클로헥사논의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 시클로헥사논의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 시클로헥사논의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 시클로헥사논의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 시클로헥사논의 분자량

7.21 아닐린

7.21.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 아닐린(Aniline; 62-53-3) 노출농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.21.2 시료채취

(1) 시료채취기

실리카겔관(앞층: 150 ㎎, 뒷층: 75)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.02~0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정 유량(0.02~0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 실리카겔과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.02~0.20	5	30

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 실리카겔관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료 안정성은 7일 이상 안정하다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 아닐린의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.21.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피(GC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 아닐린, 에탄올을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 실리카겔관의 앞층에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 아닐린 원액 또는 95% 에탄올에 희석된 아닐린 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 실리카겔관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 95% 에탄올을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 초음파 수조에서 60분 동안 탈착시킨다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 아닐린을 취해 에탄올에 넣어 혼합시킨 후 이를 에탄올로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제 방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 아닐린의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재 여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 아닐린 분석이 용이 하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	stainless steel, 0.6m × 3mm OD, packed with 80/100 mesh Chromosorb 103 또는 동등 이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 아닐린에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.01 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.120이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 아닐린의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 93.13^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 아닐린의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 아닐린의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 아닐린의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 아닐린의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 아닐린의 분자량

7.22 아크릴로니트릴

7.22.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 아크릴로니트릴(Acrylonitrile; 107-13-1)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.22.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정 유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관 안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 아크릴로니트릴이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.02～0.20	3.5	20

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 25 ℃에서 최소 7일 이상이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 아크릴로니트릴의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.22.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 아세톤, 아크릴로니트릴을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제 하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 아크릴로니트릴 원액 또는 탈착용액(2%v/v 아세톤/이황화탄소)에 희석된 아크릴로니트릴 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 2%v/v 아세톤/이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 아크릴로니트릴을 취해 2%v/v 아세톤/이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 2%v/v 아세톤/이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 아크릴로니트릴의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재 여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 아크릴로니트릴 분석이 용이 하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, fused silica, 30 m x 0.32 mm ID; 0.5 μm film polyethylene glycol, DB-wax 또는 이와 동등 이상의 칼럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 80 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 아크릴로니트릴에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 1.0 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.141이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 아크릴로니트릴의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 53.06^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 아크릴로니트릴의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 아크릴로니트릴의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 아크릴로니트릴의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 아크릴로니트릴의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 아크릴로니트릴의 분자량

7.23 암모니아

7.23.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 암모니아(Ammonia; 7664-41-7 등)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.23.2 시료채취

(1) 시료채취기

황산 처리된 실리카겔관(sulfuric acid-treated silica gel)을 사용한다. 입자상 물질 제거 필요시 MCE여과지(0.8μm)를 전단에 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.1～0.50 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.1～0.50 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 실리카겔관과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.1～0.50	0.1	96

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 실리카겔관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료 보관시의 시료 안정성은 5 ℃에서 약 35일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 암모니아의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.23.3 분석

(1) 분석기기

전도도 검출기(TCD)가 장착된 이온크로마토그래피(IC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의2,3-diaminopropionic acid monohydrochloride(DAP-HCl), L-hisdidine monohydrochloride monohydrate (L-hisdidine-HCl), Tetramethylammonium hydroxide(TMAOH), Ammonia stock solution을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 시료 전처리

(가) 흡착관의 앞 층과 뒤 층을 각각 다른 15 mL 원심분리관에 넣는다.

(나) 각 원심분리관에 10 mL의 증류수를 넣고 마개를 닫고 흔들어 준다. 45분 동안 가끔 흔들어 주면서 방치한다(45분안에 탈착이 완료됨).

① 탈착 후 하루 이내에 분석을 완료하는 것을 권고한다.

(다) 실린지 필터와 주사기를 이용하여 여과하여 분석에 사용한다.

(4) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 작업장에서 채취된 현장시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(5) 기기분석

전도도검출기 장착된 이온크로마토그래피를 이용하여 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 암모니아 분석이 용이하도록 이온크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	양이온 분석용 컬럼
시료주입량	50 ㎕
용리액	48m MHCl/ 4m MDAP-HCl/ 4 mM L-hisitidine-HCl ; 1mL/min ※대체 용리액: 12m MHCl/ 0.25m MDAP-HCl 0..25mM L-histidin-HCl ; 1mL/min
기기조건	30μS full scale

(나) 현장시료, 현장 공시료 및 공시료의 암모니아에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 2 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.204이다.

(6) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 암모니아의 농도를 계산한다.

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

C : 분석물질의 농도(ppm), NH_3
W_f : 시료 앞 층의 양(μg)
W_b : 시료 뒤 층의 양(μg)
B_f : 공시료 앞 층의 양(μg)
B_b : 공시료 뒤 층의 양(μg)
V : 공기채취량(L)

7.24 염소

7.24.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 염소(Chlorine; 7782-50-5) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.24.2 시료채취

(1) 시료채취기

Prefilter(PTFE, 0.5 μm) + 은막여과지(silver membrane 25mm, 0.45 μm)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.3～1.0 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.3～1.0 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취 총량은 다음 표의 정보를 참고하여펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.3～1.0	2	90

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 햇빛을 차단하여 운반한다. 시료 보관 시의 시료 안정성은 25 ℃에서 약 30일 이내이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트당 2~10개를 준비한다.

7.24.3 분석

(1) 분석기기

전도도검출기가 장착된 이온크로마토그래피(IC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 Sodium thiosulfate($Na_2S_2O_3$)를 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 시료 전처리

(가) 어두운 실내 또는 붉은 빛 조명 하에서, 카세트 뚜껑을 열고 은막여과지를 폴리에틸렌 병에 넣는다. 6 mM $Na_2S_2O_3$를 3 mL 넣고 뚜껑을 닫는다.

① 프리필터는 입자상 할로겐 물질을 분석할 때 같이 분석을 실시하고 그렇지 않을 경우 제거한다.

(나) 시료를 때때로 흔들어 주면서 최소한 10분간 탈착시킨다.

① 일단 탈착이 일어나면 더 이상 빛에 민감하지 않다.

(다) 시료가 담긴 병의 뚜껑을 열고 증류수 7 mL를 추가하여 최종 부피가 10 mL가 되 게 한다.

(라) 시료를 10 mL 플라스틱 실린지에 넣고 손으로 주입하거나 자동시료 주입기 바이알 에 넣는다.

(4) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(5) 기기분석

이온크로마토그래피를 이용한 염소의 분석은 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 염소분석이 용이 하도록 이온크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	음이온 분석용 컬럼
시료주입량	50 ㎕
용리액	용리액 : 0.25 mM $NaHCO_3$/4 mM Na_2CO_3/0.78 M p-cyanophenol : 0.041 g NaHCO3, 0.848g Na2CO3. 0.186g p-cyanophenol을 2 L 여과된 증류수에 녹임

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 염소에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.6 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.120이다.

(6) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 염소의 농도를 계산한다.

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

C : 분석물질의 농도(mg/m^3), Cl_2
W : 시료의 Cl^- 농도(㎍)
B : 공시료의 Cl^- 농도(㎍)
V : 공기채취량(L)

7.25 염화비닐

7.25.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 염화비닐(Vinyl chloride; 75-01-4)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.25.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)2개를 연결하여 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 0.05 L/분 이하에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성 튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정 유량(0.7~5 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 바로 전에 활성탄관 양끝을 절단한 후 유연성 튜브를 이용하여 짧게 연결하고, 다시 유연성 튜브를 이용하여 펌프와 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.05 이하	0.7	5

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료 보관시의 시료 안정성은 25 ℃에서 약 10일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료 세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.25.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피(GC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 염화비닐(vinyl Chloride, 99.9%, 밸브가 있는 압력용기 안에 있음)을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 사용하도록 한다.

(가) 염화비닐 표준원액 제조 방법(0.26 mg/mL)

① 압력용기안의 염화비닐가스를 테드라백에 주입한다. 이 때 테드라백안의 공기는 완전히 염화비닐가스로 치환되어야 한다.

② 가스타이트 실린지로 염화비닐의 가스 시료 1 mL를 취한다.

③ CS_2 5 mL가 들어있는 10 mL 메스플라스크 속에 서서히 주입한다.

④ 실린지 속의 염화비닐을 완전히 용해시키기 위해 CS_2로 실린지를 여러 번 세척한다.

⑤ 깨끗한 CS_2를 사용한 가스타이트 실린지로 1 mL 정도 뽑아 다시 메스플라스크안에 넣는다. 이 과정을 2~3회 정도 반복한다.

⑥ CS_2를 사용하여 메스플라스크의 눈금까지 희석시킨다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

① 탈착효율 시험

㉮ 테드라 백안의 공기를 순수한 공기로 치환하여 10 L가 되게 한다.

㉯ 염화비닐 표준가스를 가스타이트 실린지로 0.01, 0.08, 0.2 mL씩 취해 각각 테드라 백안에 주입한다.

㉰ 이 테드라 백안의 공기를 시료채취 방법과 동일한 방법으로 시료를 채취한다.

주입 부피(mL)	백안의 농도(mg/㎥)	시료 채취량(L)	염화비닐의 양(㎍)
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

㉱ 채취된 시료를 탈착시켜 검량선 표준용액과 같이 분석한다.

㉲ 필요시 1 mL의 염화비닐 표준가스를 주입한 테드라 백안의 공기를 직접 가스크로마토그래피에 주입하여 염화비닐의 농도를 확인한다

(6) 기기분석

예시된 기기분석 조건을 참고하여 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	HP-1, 30m × 0.25mm × 0.25μm 또는 동등 이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 40 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.04 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.178이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 염화비닐의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 62.5^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 염화비닐의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 염화비닐의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 염화비닐의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 염화비닐의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 염화비닐의 분자량

7.26 이황화탄소

7.26.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 이황화탄소[CS2, CAS No. 75-15-0]노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.26.2 시료채취

(1) 시료채취기

건조관(길이 7 cm, 외경: 6 ㎜. 내경: 4 ㎜, 270 ㎎의 황산나트륨, 22 ℃의 상대습도 100%인 공기 6 L를 완전 제습할 수 있는 성능을 가질 것)과 활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 직렬로 연결하여 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01~0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정 유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 황화수소가 작업장 공기 중에 존재해도 방해물질로 작용하지 않는 것으로 평가되었으며, 공기 중의 습도는 시료채취를 방해하기는 하지만 시료채취기에 연결된 건조관을 통해 제거하면 그 영향을 최소화 시킬 수 있다.

시료채취			파과 시 농도 및 채취공기량	
유량(L/분)	총 량(L)			
	최소	최대	채취공기량(L)	농도(㎎/㎥)
0.01～0.20	2	25	32.4	40

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 25 ℃에서 약 1주일, 그리고 0 ℃에서는 6주일 정도이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 이황화탄소의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.26.3 분석

(1) 분석기기

불꽃광전자검출기(FPD)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 톨루엔과 이황화탄소를 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개 농도수준이 포함될 수 있도록 이황화탄소 원액 또는 톨루엔에 희석된 이황화탄소 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 건조관을 활성탄관으로부터 분리한 후 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 톨루엔을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 60분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 이황화탄소를 취해 톨루엔에 넣어 혼합시킨 후 이를 톨루엔으로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 이황화탄소의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 이황화탄소 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, DB-1, fused silica capillary column 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 150 ℃
	검출기 : 145 ℃
	오븐 : 30 ℃(3분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 이황화탄소에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.02 ㎎/시료이며, 시료채취분석오차는 0.129이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 이황화탄소의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 76.14^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 이황화탄소의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 이황화탄소의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 이황화탄소의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 이황화탄소의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 이황화탄소의 분자량

7.27 일산화탄소

7.27.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 일산화탄소[(Carbon monoxide;630-08-0)]노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.27.2 시료 측정

(1) 시료 측정기기

전기화학식 또는 비분산적외선 방식 센서 또는 전기화학실 센서의 직독식 일산화탄소 측정기

(2) 시료채취

(가) 펌프 흡입 능력 및 공기량은 장비별 권장 유량 및 공기량을 적용한다.

(나) 공시료의 경우 작업환경과 동일한 온도 및 상대습도에서 깨끗한 공기로 측정기를 영점 조정한다. 이때 공기에 일산화탄소가 없어야 한다.

(다) 개인 모니터링의 경우 측정기를 근로자의 호흡영역에 최대한 가깝게 설치하고, 지역 모니터링은 작업장소 농도를 대표할 수 있도록 공기 순환이 잘되는 장소의 150~170 cm 높이에서 측정한다.

(3) 장비 검교정

(가) 장비는 검교정 기관에 맡겨 6개월에 1회 이상 교정을 받거나, 장비회사에서 제안하는 제로가스와 스팬가스인 일산화탄소와 공기 (혹은 질소)가 혼합된 가스 실린더를 구매하여 교정한다(30 ppm을 포함시키는 전후 농도 2가지, 예: 20 ppm과 50 ppm).

(나) 교정 시 사용되는 스팬가스의 농도는 표기 농도와 ±5% 이내의 차이를 보여야 한다.

(4) 측정

(가) 측정기 디스플레이에서 농도를 ppm 단위로 읽고 기록한다. 일부 측정 장비는 측정값을 연속적인 기록을 하며, 평균, TWA(시간 가중 평균), 최고(Peak) 농도 등을 계산해 준다. 만일 측정값을 연속적인 기록할 수 없으면 직접 기록한다.

(나) 이산화탄소 측정시간 및 횟수는 다음의 3가지 방법 중 작업시간 및 비교하고자 하는 노출기준에 따라 1가지 방법을 선택하여 측정한다.

① 시간가중평균기준(TWA)

㉮ 1~2분 간격으로 작업시간 내내 연속측정·저장되는 측정값을 수집하여 평균 계산

㉯ 등간격(예: 1시간)으로 나누어 6회 이상 측정 후 평균 계산

② 단시간 노출기준(STEL): 7~15분간 연속 측정(7~15회)하여 평균 계산

㉮ 6시간 이상의 작업 중 6시간만 측정하였다면 측정 외 시간을 보정해야 함.

㉯ 장비 작동 후 1분 이상 안정화 시간 필요, 2회 평균값을 한 번 측정한 값으로 사용.

㉰ 다른 가스상 물질이 발생하여 간섭이 일어날 수 있으므로 장비에 일산화탄소 전용 필터 사용을 권장함.

㉱ 시료채취분석오차는 0.06이다.

7.28 카드뮴 및 그 화합물

7.28.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 카드뮴[Cd, CAS No. 7440-43-9] 및 그 화합물 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.28.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜,공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1～3 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～3 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석 대상물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다. 따라서 이러한 경우가 발생하지 않도록 적정량의 시료를 채취하도록 해야 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)[주1]	
	최소	최대
1~3	25	1500

주1) 작업장의 공기 중 카드뮴 농도가 0.1 ㎎/㎥ 존재 시 시간가중평균농도의 평가를 위한 기준임

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.28.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 카드뮴 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 카드뮴 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 카드뮴 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 회화용액 5 ㎖를 넣고 유리덮개로 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판위로 비커를 옮긴 후 120 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 유리덮개를 열고 회화용액 2 ㎖를 다시 첨가하여 가열시킨다. 비커 내의 회화용액이 투명해질 때까지 이 과정을 반복한다.

⑤ 비커 내의 회화용액이 투명해지면 유리덮개를 열고 비커와 접한 유리덮개 내부를 초순수로 헹구어 잔여물이 비커에 들어가도록 한다. 유리덮개는 제거하고 비커 내의 용액량이 거의 없어져 건조될 때까지 증발시킨다.

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖용량플라스크에 옮긴 후 희석용액을 가해 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 카드뮴 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 마이크로웨이브를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀(vessel)에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베슬 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되게 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

① 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

㉮ 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산농도와 동일하게 한다.

② 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

③ 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

④ 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

① 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 228.8 ㎚에서 배경보정상태로 카드뮴 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 228.8 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

② 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 카드뮴의 흡광도를 측정한다.

③ 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.0075 ㎍/시료(ICP)와 0.05 ㎍/시료(AAS)이며, 시료채취분석오차는 0.082(ICP), 0.132(AAS)이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 카드뮴 및 그 화합물의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 카드뮴 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 카드뮴 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.29 코발트

7.29.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 코발트[7440-48-4] 및 그 무기화합물(Cobalt and its inorganic compounds)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.29.2 시료채취

(1) 시료채취기

막여과지(직경 : 37 ㎜,공극 : 0.8 ㎛, cellulose ester membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1～3 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～3 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 여과지에 채취된 먼지의 무게가 2 ㎎을 초과하지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

(가) 과도하게 시료채취가 되는 경우 시료채취기 내부 벽에 분석대상물질이 포함된 먼지 등이 흡착되는 경우가 발생할 수 있다. 따라서 이러한 경우가 발생하지 않도록 적정량의 시료를 채취하도록 해야 한다.

시료채취		
유량 (L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
1~3	30	1500

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 시료채취기의 마개를 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 상온에서 보관하여도 안정하다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.29.3 분석

(1) 분석기기

유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)를 사용한다.

(2) 회화장비

가열판(Hot plate) 가열블록(Hot block) 또는 마이크로웨이브(Microwave) 회화기를 사용한다.

(3) 표준용액

1,000 ㎍/㎖의 표준용액 또는 동등 이상의 니켈 표준용액을 사용한다.

(4) 전처리 시약

(가) 가열판 전처리

① 회화용액 : 진한질산과 진한과염소산을 부피비로 4:1 혼합하여 사용한다.

② 희석용액 : 회화용액을 5% 농도로 희석하여 사용한다.

(나) 가열 블록 전처리

① 회화용액은 진한질산을 사용한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기 전처리

① 회화용액은 진한질산 또는 진한염산을 사용한다.

㉮ 모든 산은 취급할 때 흄후드 내에서 행해야 하며, 피부 및 눈에 산 접촉을 방지하기 위해 보안경, 보호장갑 등을 착용하고 작업을 수행해야 한다.

(5) 회수율 검증시료 제조

(가) 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 첨가량은 현장시료의 니켈 농도를 모두 포함하는 범위이어야 한다.

(나) 코발트 표준용액을 이용하여 계산된 첨가량이 될 수 있도록 적당량을 미량주사기로 취해 시료채취 시와 동일한 막여과지에 떨어뜨린다. 동일 첨가량을 가진 각기 다른 여과지에 떨어뜨려 동일 농도수준에서 총 3개의 회수율 검증용 시료를 조제하도록 하고, 서로 다른 세 가지 농도수준에서 동일한 요령으로 회수율 검증시료를 조제하도록 한다.

① 일반적으로 저농도, 중농도, 그리고 고농도의 각 농도수준에서 각각 동일한 첨가량으로 3개의 첨가시료를 조제하기 때문에 총 9개의 회수율 검증용 첨가시료가 조제된다.

(다) 하룻밤 정도 실온에서 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 가열판을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 비커에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 비커에 제조한 왕수 3 ㎖를 넣고 유리덮개를 덮은 후, 실온에서 30분 정도 놓아둔다.

③ 가열판위로 비커를 옮긴 후 140 ℃에서 회화용액이 약 0.5 ㎖ 정도가 남을 때까지 가열시킨다.

④ 진한질산 3 mL를 넣고 앞의 과정을 두 번 정도 반복하고, 마지막 회화과정에서 용액이 약 1 mL가 남도록 가열한다. 이때 용액이 완전히 건조되어서는 안 된다. 용액을 완전히 마르면 시료의 성분이 손실되거나, 과도하게 가열되어 변질되어 다음에 넣는 용매에 다시 녹지 않는 불용성 염 형태로 변할 수 있어 분석결과의 정확도가 크게 떨어지기 때문이다.

⑤ 용액을 식힌 후, 시계접시를 5% 질산용액으로 헹구어 비커에 담고, 비커의 내부도 5% 질산용액으로 헹군다(용액이 2~3 mL가 되도록 한다).

⑥ 희석용액 2~3 ㎖를 비커에 가해 잔유물을 다시 용해시킨 다음 10 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 5% 질산용액으로 최종용량이 10 ㎖가 되게 한다.

㉮ 최종 용량은 시료내의 니켈 농도를 고려하여 20 ㎖ 또는 25 ㎖로 만들어 사용해도 된다.

(나) 가열 블록을 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 베셀(vessel, PTFE 용기)에 옮긴다.

② 여과지가 들어간 베셀에 제조한 진한질산 1~3 ㎖를 넣고 뚜껑을 닫는다

③ 가열 블록에 베셀을 옮긴 후 140 ℃에서 30분 가열시킨다.

④ 가열 블록에 베셀을 꺼내어 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되도록 한다.

(다) 마이크로웨이브 회화기를 이용한 시료 전처리

① 시료채취기로부터 막여과지를 핀셋 등을 이용하여 들어낸 후, 마이크로웨이브의 베셀에 옮긴다.

② 질산 1~3 ㎖를 넣거나 또는 질산 1~3 ㎖에 염산 1 ㎖를 추가하여 넣는다.

③ 베셀의 뚜껑을 닫고 마이크로웨이브 내의 회전판위에 장착시킨 후, 마이크로웨이브 회화기의 운전조건(온도, 압력, 시간 등)을 설정하여 회화한다.

④ 마이크로웨이브의 작동이 멈추면 베셀이 식을 때까지 기다린 후, 흄후드 내에서 베셀의 뚜껑을 조심스럽게 연다.

⑤ 베셀 내의 용액을 10~25 ㎖ 용량플라스크에 옮긴 후 베셀 내부를 초순수로 헹군 후 헹군 용액을 동일 용량플라스크에 넣고 초순수를 가해 최종 용량이 10~25 ㎖가 되게 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 분석기기(ICP, AAS)의 감도 등을 고려하여 5개의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함하는 것이어야 한다.

① 가열판을 이용한 전처리 시료의 표준용액 제조는 희석용액을 사용하며, 마이크로웨이브로 회화기를 이용한 표준용액 제조시의 산 농도는 시료속의 산 농도와 동일하게 한다.

(나) 검량선 작성용 표준용액 시료와 공시료를 이용하여 검량선을 작성한다. 한번 작성한 검량선에 따라 10개의 시료를 분석한 후, 분석기기 반응에 대한 재현성을 확인하기 위해 1개의 표준용액 시료를 분석하여 그 재현성을 점검하도록 한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 시험시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(8) 기기분석

(가) 유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)의 기기를 작동시켜 최적화시킨 후 240.7 ㎚에서 배경보정상태로 니켈 흡광도를 측정하도록 한다. 만일 방해물질이 존재할 경우 240.7 ㎚ 이외의 다른 파장을 선택하여 분석한다.

(나) 표준용액, 공시료, 현장시료, 그리고 회수율 검증시료를 흡입시켜 코발트의 흡광도를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.6 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.180이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 코발트의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{(Cs^{주1)}Vs^{주2)} - Cb^{주3)}Vb^{주4)})}{V^{주5)} \times RE^{주6)}}$$

주1) 시료에서 코발트 농도, ㎍/㎖
주2) 시료의 최종용량, ㎖
주3) 공시료에서 코발트 농도, ㎍/㎖
주4) 공시료의 최종용량, ㎖
주5) 시료공기 채취 총량, L
주6) 평균 회수율

7.30 콜타르피치

7.30.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 콜타르피치[65996-93-2] 휘발물(Coal tar pitch volatiles)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.30.2 시료채취

(1) 시료채취기

PTFE 여과지(직경 : 37 ㎜, 공극 : 2 ㎛, Polytetrafluoroethylene membrane)와 패드(backup pad)가 장착된 3단 카세트를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(2~3 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 동등 이상의 유량보정기를 사용하여 적정유량(2~3 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하며, PTFE 컵에 달라붙거나 혹은 떨어져 나오는 물질이 중량분석에 영향을 줄 수 있으므로 이를 고려하여 시료를 채취한다.

시료채취	
유량 (L/분)	총 량(L)
2~3	960

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 깨끗한 핀셋을 사용하여 여과지를 1/4로 접어 바이알에 넣어 운반한다.

이때 필터 위에 채취된 입자상 물질들이 떨어지지 않도록 해야 하며 카세트 외벽에 붙어 있는 물질은 접힌 여과지로 닦아준다. PTFE 마개로 막고 알루미늄 호일로 감싸 빛에 노출을 최소화 한다. 시료는 상온(25 ℃)에서 최소 15일간 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

※ 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기로 마개를 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

7.30.3 분석

(1) 분석기기

0.001 mg의 정밀도를 가진 전자저울을 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 벤젠, 테트라하이드로퓨란(Tetrahydrofuran, THF), 그리고 질소를 사용한다.

(가) 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 시료분석용 계량컵 세척

PTFE 컵을 테트라하이드로퓨란(THF)으로 몇 분 동안 초음파세척 후 깨끗한 THF로 두 번 정도 더 헹궈준다. 번호가 적혀진 홀더에 컵을 넣고 미리 예열된 오븐(40℃, 약 20 in. Hg vacuum)에서 1시간 동안 둔다. 이후 실온에서 컵을 식혀 무게를 잰다.

(4) 시료 전처리

(가) 실험에 사용할 초자기구 및 계량컵 등에 벽면에 남아 있을 수 있는 불순물 등 오염을 제거하기 위해 벤젠 1.5 mL로 헹구고 질소를 이용해 전처리한다.

(나) 냉장·보관했던 시료를 꺼내 상온(실온)이 될 때까지 기다린다.

(다) 깨끗한 핀셋을 사용하여 시료를 세척된 유리병(바이알)에 넣는다. 이때 여과지 위에 카세트 외부에 붙어 있는 입자상 물질들이 떨어지지 않도록 해야 하며, 카세트 내벽에 붙어 있는 물질은 여과지로 닦아 유리병에 넣는다.

(라) 시료채취된 여과지가 들어있는 바이알에 3 mL 벤젠을 첨가하고 60분 동안 흔들어 준다.

(마) 13 mm PTFE 필터(공극 5 μm)를 스테인리스 스틸 홀더에 넣고 시린지와 결합시킨다. 연결부위 누출을 확인하기 위해 시린지로 벤젠 3 mL를 분취하여 질소를 사용한 여과장치를 통해 밀어 누출 여부를 확인한다. 고무 스토퍼는 시린지 배럴을 10 psig 로 가압하기 위하여 질소 라인에서 사용된다. 질소를 사용하여 여과지를 30초 동안 건조시켜 준다.

(바) 바이알의 벤젠 추출물을 실린지에 옮긴다(한 시료당 한 실린지 사용). 만약 바이알에 입자상 물질의 양이 많을 경우 추출물을 모두 시린지에 옮겨준다. 질소의 압력으로 여과된 벤젠 추출물을 일회용 배양튜브에 옮겨 준다.

(사) 벤젠 추출물 1.5 mL를 중량을 잰 PTFE 컵에 분취한다.

(아) PTFE 컵을 예열된 오븐(40℃, 약 15 in. Hg vacuum)에 두고 공기를 주입하여 벤젠이 휘발되도록 3 ~ 4시간 정도 가열해준다. 공기 배출구를 막고 한 시간 동안 건조시킨다.

(5) 기기분석

(가) 전자저울을 사용하여 다음의 방법으로 무게를 측정한다.

① 실험실과 동일한 조건(온도, 습도)을 형성하기 위해 약 2시간 평형화시킨다.

② 저울의 영점(Zero)을 맞춘다.

③ 집게를 사용하여 계량컵을 정전기 제거 장치를 통과시켜 정전기를 제거한다.

④ 계량컵의 무게가 일정해질 때까지 측정한다(연속 두 번 측정값이 10 μg 이내여야 함). 마지막 두 번 측정값의 평균을 μg 단위까지 기록한다.

(나) 계량컵을 세척하여 무게를 측정한다. 계량컵마다 무게가 다르고, 실험은 연속과정이고 계량컵 번호 기록을 반드시 유지해야 한다.

(다) 진공 오븐에서 벤젠 추출액을 건조시킨 시료 및 공시료의 계량컵의 무게를 측정한다.

(라) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.06 ㎎/시료이며, 시료채취분석오차는 0.162이다.

(마) 분석 결과에 기준을 초과하거나 필요하다 판단되면 가스크로마토/질량분석기(GC/MS)로 벤젠 추출액의 다핵방향족탄화수소(PAHs)의 함유 여부를 확인할 수 있다.

(6) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 콜타르피치 화합물 농도를 계산한다.

【벤젠 용매 추출】
: 벤젠 용매 추출의 농도(㎍/m^3)는 추출 전후의 PTFE 컵의 중량(㎍)에 의해 결정된다. 계산식의 상수 2는 샘플의 1/2을 사용한 데 대한 값이다.

$$C, mg/m^3 = \frac{[(W_2 - W_1) - (B_2 - B_1) \times 2]}{V}$$

C : 분석물질의 농도(㎍/m^3)
final wt_s : 시료 컵의 전처리 전 무게(㎍)
tare wt_s : 시료 컵의 전처리 후 무게(㎍)
final wt_b : 공시료 컵의 전처리 전 무게(㎍)
tare wt_b : 공시료 컵의 전처리 후 무게(㎍)
V : 공기채취량(L)

7.31 톨루엔

7.31.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 톨루엔(Toluene; 108-88-3) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.31.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.20 L/분 이하)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.20 L/분 이하)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

※ 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 톨루엔이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
0.2 이하	최소	최대
	1	8

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 톨루엔의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련정보를 시료분석자에게 시료전달시 제공하여야 한다.

7.31.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 톨루엔을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 톨루엔 원액 또는 이황화탄소에 희석된 톨루엔 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 톨루엔을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 분석된 탈착효율 검증용 시료를 통해 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 벤젠의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 톨루엔 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, fused silica, 30 m × 0.32 mm ID; 1.00 μm film 100% dimethyl polysiloxane 또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 톨루엔에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.7 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.132이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 톨루엔의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 92.14^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 톨루엔의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 톨루엔의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 톨루엔의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 톨루엔의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 톨루엔의 분자량

7.32 2,4-톨루엔디이소시아네이트

7.32.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 2,4-톨루엔디이소시아네이트[CH3C6H3(NCO)2, CAS No. 584-84-9] 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.32.2 시료채취

(1) 시료채취기

1-2PP(1-(2-pryridyl)piperazine))이 코팅된 유리섬유여과지가 장착된 37 ㎜ 3단 카세트 홀더를 사용한다.

(가) 디클로로메탄에 1-2PP를 첨가하여 0.2 ㎎/㎖ 농도로 조제한다.

(나) (가) 용액 0.5 ㎖를 취하여 37 ㎜ 유리섬유 여과지의 시료채취 면에 골고루 도포한다.

(다) 상온에서 공기를 건조시킨 후 진공오븐에 넣고 진공을 가해 용매인 디클로로메탄이 완전히 제거되도록 한다.

① 처리가 끝난 여과지는 사용 전 까지는 반드시 냉장보관 하도록 한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1～2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～2 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전・후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 채취총량은 작업장의 2,4-톨루엔디이소시아네이트 추정농도를 고려하여 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

※ 작업장 공기 중에 아민류(amines), 알콜류, 그리고 카르복실산류 등과 같이 1-2PP와 반응할 수 있는 물질이 존재하면 2,4-톨루엔디이소시아네이트와 경쟁하게 되므로 간섭물질로 작용할 수 있다.

시료채취			시료채취 효율
유량(L/분)	총 량(L)		
1~2	최소	최대	0.95~1.05
	20	900	

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 3단 카세트의 마개를 막고 햇빛으로부터 차단하여 실험실로 운반한다. 시료는 냉장보관을 하도록 하며 시료채취 전의 1-2PP가 코팅된 유리섬유여과지가 장착된 3단 카세트(시료채취기)는 반드시 냉장보관 하도록 한다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기를 사용하며(3단 카세트가 모두 체결된 상태로 공기유입구와 출구가 마개로 막힌 상태를 말함), 현장공시료는 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반하여야 한다.

(나) 2,4-톨루엔디이소시아네이트의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.32.3 분석

(1) 분석기기

자외선-가시광선 검출기 또는 형광 검출기가 장착된 고성능액체크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

2,4-톨루엔디이소시아네이트(2,4-toluene diisocyanate), 노말헥산(n-hexane), 아세토니트릴(acetonitrile, ACN), 디메틸설폭사이드(Dimethylsulfoxide, DMSO), 디클로로메탄(Dichloromethane), 암모늄 아세테이트(Ammonium acetate) 등 HPLC 등급의 시약을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 회수율 검증시료 제조

회수율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 회수율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지와 공시료용으로 사용할 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지 3개를 준비한다.

(나) 적당 무게의 2,4-톨루엔디이소시아네이트를 디클로로메탄에 녹인 후 미량 주사기를 이용하여 유리섬유여과지에 주입한다.

(다) 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 카세트 홀더에 들어 있는 유리섬유여과지를 핀셋으로 꺼낸 후 37 ㎜ 이상의 바닥직경을 가진 비커나 시료용기에 넣는다. 이때 유리섬유여과지가 접히지 않도록 주의한다.

(나) 각 비커 또는 용기에 2.0 ㎖의 추출용액(ACN과 DMSO를 부피비 9:1로 혼합한 용액)을 놓고 즉시 밀봉하거나 마개로 막는다.

(다) 유리섬유여과지와 용기바닥 사이에서 발생할 수 있는 기포를 제거하기 위해 약간 흔들어 준 후 1시간 정도 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 제조는 상업적으로 구매한 표준원액(2,4-톨루엔디이소시아네이트와 1,2-pp의 유도체화한 용액)으로 제조하거나 다음의 방법으로 제조하여 사용한다. 표준용액은 시료분석 때마다 만들어 사용한다.

① 2,4-톨루엔디이소시아네이트 3.5 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 25 ㎖가 되게 한다.

② 1-2PP 7.25 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 100 ㎖가 되게 한다.

③ 가)의 용액을 나)의 용액에 저으면서 서서히 첨가시키다. 용액 첨가가 끝나면 35 ℃에서 10분간 가열한다.

④ 용액의 부피가 10 ㎖ 정도 될 때 까지 가열이 끝나면 이 용액에 질소가스를 퍼지(purging)시킨다.

⑤ 퍼지(purging)가 끝난 용액에 노말헥산을 넣어 침전시킨다(노말헥산이 첨가되기 전에 약간의 침전이 일어날 수도 있다).

⑥ 침전물을 여과시킨 후 여과된 침전물에 소량의 디클로로메탄를 가하여 녹인 후 다시 노말헥산을 가하여 재 침전시킨다.

⑦ 침전물을 다시 여과시킨 후 노말헥산으로 세척하고 진공건조 시킨다. 이렇게 하면 약 9 g의 이소시아네이트 유도체를 얻을 수 있다.

⑧ 디이소시아네이트 유도체 적당량을 DMSO에 녹여 표준원액(stock solution)을 만든다. 이 유도체안의 2,4-톨루엔디이소시아네이트 무게는 다음과 같다.

2,4-톨루엔디이소시아네이트 무게 = 유도체 무게 x 0.3479

⑨ ⑧에서 조제한 표준원액을 아세토니트릴 용매로 희석하여 원하는 농도의 표준용액을 조제한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(6) 기기분석

고성능액체크로마토그래피를 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 2,4-톨루엔디이소시아네이트의 분석이 용이하도록 기기를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Altech C8, 25 cm × 4.7 mm, 10 μm 또는 동등 이상의 컬럼
시료주입량	10~25㎕
자외선-가시광선 검출기 사용시 파장	254 ㎚ 또는 313 ㎚
형광 검출기 사용시 파장	240 ㎚ excitation, 370 nm emission
이동상	0.01 M ammonium acetate in 37.5/62.6 ACN/water adjusted to pH 6.2
유량	1 ㎖/분

① 이동상 조제 방법: 아세토니트릴과 초순수를 부피비로 37.5 : 62.5로 혼합한 것을 용매로 사용하며, 아세트산암모늄 0.77 g을 약 500 ㎖의 혼합용매에 넣어 녹인 후 혼합용매를 추가해 최종용액 부피가 1 L가 되게 한 다음, 초산을 약간 가해 pH 6.2가 되게 한다.

(나) 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 2,4-톨루엔디이소시아네이트에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 33 ng/시료이며, 시료채취분석오차는 0.168이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 2,4-톨루엔디이소시아네이트의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{W^{주1)} - B^{주2)}}{V^{주3)} \times RE^{주4)}}$$

주1) 시료에서 분석된 2,4-톨루엔디이소시아네이트의 질량, ㎍
주2) 공시료에서 분석된 2,4-톨루엔디이소시아네이트의 질량, ㎍
주3) 시료채취 총량, L
주4) 평균 회수율

7.33 2,6-톨루엔디이소시아네이트

7.33.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 톨루엔-2,6-디이소시아네이트(Toluene-2,6-diisocyanate; 91-08-7 등)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.33.2 시료채취

(1) 시료채취기

1-2PP(1-(2-pryridyl)piperazine))이 코팅된 유리섬유여과지가 장착된 37 ㎜ 3단 카세트 홀더를 사용한다.

(가) 디클로로메탄에 1-2PP를 첨가하여 0.2 ㎎/㎖ 농도로 조제한다.

(나) (가) 용액 0.5 ㎖를 취하여 37 ㎜ 유리섬유 여과지의 시료채취 면에 골고루 도포한다.

(다) 상온에서 공기를 건조시킨 후 진공오븐에 넣고 진공을 가해 용매인 디클로로메탄이 완전히 제거되도록 한다.

① 처리가 끝난 여과지는 사용 전 까지는 반드시 냉장보관 하도록 한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1～2 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(1～2 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 시료채취기의 마개를 열고 유연성튜브를 이용하여 시료채취기와 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 채취총량은 작업장의 2,6-톨루엔디이소시아네이트 추정농도를 고려하여 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

① 작업장 공기 중에 아민류(amines), 알콜류, 그리고 카르복실산류 등과 같이 1-2PP와 반응할 수 있는 물질이 존재하면 2,6-톨루엔디이소시아네이트와 경쟁하게 되므로 간섭물질로 작용할 수 있다.

시료채취			시료채취 효율
유량(L/분)	총 량(L)		
1~2	최소	최대	0.95~1.05
	20	900	

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 3단 카세트의 마개를 막고 햇빛으로부터 차단하여 실험실로 운반한다. 시료는 냉장보관을 하도록 하며 시료채취 전의 1-2PP가 코팅된 유리섬유여과지가 장착된 3단 카세트(시료채취기)는 반드시 냉장보관 하도록 한다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 시료채취기를 사용하며(3단 카세트가 모두 체결된 상태로 공기유입구와 출구가 마개로 막힌 상태를 말함), 현장공시료는 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반하여야 한다.

(나) 2,6-톨루엔디이소시아네이트의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료 전달시 제공하여야 한다.

7.33.3 분석

(1) 분석기기

자외선-가시광선 검출기 또는 형광 검출기가 장착된 고성능액체크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

2,6-톨루엔디이소시아네이트(2,6-toluene diisocyanate), 노말헥산(n-hexane), 아세토니트릴(acetonitrile, ACN), 디메틸설폭사이드(Dimethylsulfoxide, DMSO), 디클로로메탄(Dichloromethane), 암모늄 아세테이트(Ammonium acetate) 등 HPLC 등급의 시약을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 회수율 검증시료 제조

회수율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 회수율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지와 공시료용으로 사용할 1,2-PP가 코팅된 유리섬유 여과지 3개를 준비한다.

(나) 적당 무게의 2,6-톨루엔디이소시아네이트를 디클로로메탄에 녹인 후 미량 주사기를 이용하여 유리섬유여과지에 주입한다.

(다) 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 카세트 홀더에 들어 있는 유리섬유여과지를 핀셋으로 꺼낸 후 37 ㎜ 이상의 바닥직경을 가진 비커나 시료용기에 넣는다. 이때 유리섬유여과지가 접히지 않도록 주의한다.

(나) 각 비커 또는 용기에 2.0 ㎖의 추출용액(ACN과 DMSO를 부피비 9:1로 혼합한 용액)을 놓고 즉시 밀봉하거나 마개로 막는다.

(다) 유리섬유여과지와 용기바닥 사이에서 발생할 수 있는 기포를 제거하기 위해 약간 흔들어 준 후 1시간 정도 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 제조는 상업적으로 구매한 표준원액(2,6-톨루엔디이소시아네이트와 1,2-pp의 유도체화한 용액)으로 제조하거나 다음의 방법으로 제조하여 사용한다. 표준용액은 시료분석 때마다 만들어 사용한다.

① 2,6-톨루엔디이소시아네이트 3.5 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 25 ㎖가 되게 한다.

② 1-2PP 7.25 g에 디클로로메탄을 가해 녹인 후 부피가 100 ㎖가 되게 한다.

③ ①의 용액을 ②의 용액에 저으면서 서서히 첨가시키다. 용액 첨가가 끝나면 35 ℃에서 10분간 가열한다.

④ 용액의 부피가 10 ㎖ 정도 될 때 까지 가열이 끝나면 이 용액에 질소가스를 퍼지(purging)시킨다.

⑤ 퍼지(purging)가 끝난 용액에 노말헥산을 넣어 침전시킨다(노말헥산이 첨가되기 전에 약간의 침전이 일어날 수도 있다).

⑥ 침전물을 여과시킨 후 여과된 침전물에 소량의 디클로로메탄를 가하여 녹인 후 다시 노말헥산을 가하여 재 침전시킨다.

⑦ 침전물을 다시 여과시킨 후 노말헥산으로 세척하고 진공건조 시킨다. 이렇게 하면 약 9 g의 이소시아네이트 유도체를 얻을 수 있다.

⑧ 디이소시아네이트 유도체 적당량을 DMSO에 녹여 표준원액(stock solution)을 만든다. 이 유도체안의 2,6-톨루엔디이소시아네이트 무게는 다음과 같다.

2,6-톨루엔디이소시아네이트 무게 = 유도체 무게 x 0.3479

⑨ ⑧에서 조제한 표준원액을 아세토니트릴 용매로 희석하여 원하는 농도의 표준용액을 조제한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 회수율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 분석된 회수율 검증시료를 통해 아래와 같이 회수율을 구한다.

회수율(RE, recovery) = 검출량/첨가량

(6) 기기분석

고성능액체크로마토그래피를 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 2,6-톨루엔디이소시아네이트의 분석이 용이하도록 기기를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Altech C8, 25 cm × 4.7 mm, 10 μm 또는 동등 이상의 컬럼
시료주입량	10~25㎕
자외선-가시광선 검출기 사용시 파장	254 ㎚ 또는 313 ㎚
형광 검출기 사용시 파장	240 ㎚ excitation, 370 nm emission
이동상	0.01 M ammonium acetate in 37.5/62.6 ACN/water adjusted to pH 6.2
유량	1 ㎖/분

① 이동상 조제 방법: 아세토니트릴과 초순수를 부피비로 37.5 : 62.5로 혼합한 것을 용매로 사용하며, 아세트산암모늄 0.77 g을 약 500 ㎖의 혼합용매에 넣어 녹인 후 혼합용매를 추가해 최종용액 부피가 1 L가 되게 한 다음, 초산을 약간 가해 pH 6.2가 되게 한다.

(나) 현장시료, 회수율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 2,6-톨루엔디이소시아네이트에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.06 ng/시료이며, 시료채취분석오차는 0.168이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 2,6-톨루엔디이소시아네이트의 농도를 계산한다.

$$C,\ mg/m^3 = \frac{W^{주1)} - B^{주2)}}{V^{주3)} \times RE^{주4)}}$$

주1) 시료에서 분석된 2,6-톨루엔디이소시아네이트의 질량, ㎍
주2) 공시료에서 분석된 2,6-톨루엔디이소시아네이트의 질량, ㎍
주3) 시료채취 총량, L
주4) 평균 회수율

7.34 트리클로로메탄

7.34.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 트리클로로메탄(Trichloromethane; 67-66-3)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.34.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

① 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 트리클로로메탄이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 작업환경측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.01~0.20	1	50

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 트리클로로메탄의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달 시 제공하여야 한다.

7.34.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 트리클로로메탄을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개 농도수준이 포함될 수 있도록 트리클로로메탄 원액 또는 이황화탄소에 희석된 트리클로로메탄 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 트리클로로메탄을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 트리클로로메탄의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 트리클로로메탄 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	capillary, fused silica, 30 m × 0.32 mm ID × 1.80 μm film diphenyl/ dimethyl polysiloxane, Rtx® -502.2 또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 트리클로로메탄에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.08 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.120이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 트리클로로메탄의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 119.39^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 트리클로로메탄의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 트리클로로메탄의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 트리클로로메탄의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 트리클로로메탄의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 트리클로로메탄의 분자량

7.35 트리클로로에틸렌

7.35.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 트리클로로에틸렌(Trichloroethylene; 79-01-6)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.35.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100 ㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.01～0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

① 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 트리클로로에틸렌이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축현상이 발생한 시료는 작업환경측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.01～0.20	1	30

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장 공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 알려지지 않는다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 트리클로로에틸렌의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료분석자에게 시료전달시 제공하여야 한다.

7.35.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 트리클로로에틸렌을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 1)에서 언급한 3개 농도수준이 포함될 수 있도록 트리클로로에틸렌 원액 또는 이황화탄소에 희석된 트리클로로에틸렌 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 트리클로로에틸렌을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 트리클로로에틸렌의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 트리클로로에틸렌 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	OV 351, fused silica capillary, 60 m × 0.32 mm × 0.25 um film thickness
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 50 ℃

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 트리클로로에틸렌에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.01 ㎎/시료이며, 시료채취분석오차는 0.1978이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 트리클로로에틸렌의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 131.39^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 트리클로로에틸렌의 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 트리클로로에틸렌의 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 트리클로로에틸렌의 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 트리클로로에틸렌의 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 트리클로로에틸렌의 분자량

7.36 포름알데히드

7.36.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 포름알데히드(Formaldehyde; 50-00-0)노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.36.2 시료채취

(1) 시료채취기

2,4-디니트로페닐히드라진(2,4-DNPH, 2,4-dinitrophenylhydrazine)이 코팅된 실리카겔관(60/100 mesh) 또는 카트리지를 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(0.03～1.5 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정유량(0.03～1.5 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 실리카겔관(또는 카트리지)의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 실리카겔관(또는 카트리지)과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 실리카겔관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.03~1.5	1	15

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 실리카겔관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관 시의 시료 안정성은 25 ℃에서 약 30일이다. 현장 공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 현장 공시료는 시료채취에 사용하지 않은 실리카겔관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(7) 주의사항

공기 중의 오존은 실리카겔에 코팅되어 있는 2,4-디니트로페닐히드라진을 소비하여 없애는 역할을 하고, 또한 포름알데히드 유도체를 분해하는 것으로 평가되었다. 따라서 공기 중의 오존농도가 높다고 의심되는 경우 오존을 제거하기 위한 오존 스크러버를 시료채취기 전단에 연결하여 사용하는 것이 좋다. 케톤류와 다른 알데히드물질도 2,4-디니트로페닐히드라진과 반응하여 유도체물질을 생성한다. 그러나 이러한 물질은 칼럼을 이용하여 포름알데히드 유도체와 분리하여 정량할 수 있다.

7.36.3 분석

(1) 분석기기

자외선-가시광선 검출기가 장착된 고성능액체크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

HPLC 분석등급의 포름알데히드(37%), 아세토니트릴을 사용한다.

(3) 표준용액(2,4-DNPH-HOHC)

2,4-디니트로페닐히드라진-포름알데히드 100 ㎍/㎖의 표준용액을 사용하거나 2,4-디니트로페닐히드라진 시약으로 표준용액을 합성하여 사용한다.

(가) 표준용액 합성방법

① 2 M HCl 용액 1 L를 조제 : 진한 염산 172 ㎖를 1 L 용량플라스크에 넣은후 증류수를 서서히 첨가하여 1 L로 만든다.

② 2,4-디니트로페닐히드라진 8 g을 정확히 달아 가)에서 조제한 2 M HCl 용액에 첨가한 후 20~25 ℃에서 1 시간 정도 저으면서 포화시킨다.

③ 0.45 ㎛ 친수성 여과지를 사용하여 여과한다.

④ ③에서 여과된 용액에 나)에서 첨가한 2,4-디니트로페닐히드라진 보다 2 몰라(molar) 이상의 포름알데히드를 첨가한 후 20~25 ℃에서 저으면서 30분에서 1시간 정도 방치한다.

⑤ ④에서 형성된 진한 노란색의 하이드라존(hydranone)을 다시 여과한다. 이 때 2 M HCl 용액 50 ㎖씩 3회 반복하여 하이드라존를 세척하고 난 후 다시 증류수 50 ㎖씩 사용하여 3회 반복 세척한다.

⑥ 50~60 ℃에서 필터를 건조시킨다.

⑦ ⑥에서 건조된 유도체를 적당량 정확히 달아 아세토니트릴 용액에 녹여 표준저장용액을 만든다.

㉮ 하이드라존 1 ㎍은 포름알데히드 농도로 약 0.143 ㎍에 해당하며 정확한 농도는 HPLC나 다른 표준용액을 이용하여 순도를 검증한 후 사용해야 한다.

(4) 포름알데히드 저장용액(stock solution)

37% 포르말린 용액을 사용하여 조제하거나 상업적 제품을 구매하여 사용한다.

(가) pH 적정을 이용한 조제

① 37% 포르말린 용액 2.7 ㎖에 초순수를 가하여 1L가 되게 한다.(약 3개월간 안정)

② 1.13 M 황산나트륨 5 ㎖를 50 ㎖ 비커에 넣고 자석교반기로 저어주면서 산 또는 염기 용액을 가하여 pH를 8.5~10으로 조정하고 pH 농도를 기록한다.

③ ①에서 조제한 용액 10 ㎖를 나)의 용액에 가한다. 이때 pH는 11 이상이 되는데 0.02 N 황산용액을 가하여 나)에서의 pH로 맞춘다.(약 17 ㎖ 정도의 산이 필요함) pH 농도를 지나치게 되면 0.01 N 수산화나트륨으로 재조절한다.

④ 농도계산

$$Cs,\ mg/m\ell = \frac{30.0^{주1)}\ (Na^{주2)}Va^{주3)} - Nb^{주4)}Vb^{주5)})}{Vs^{주6)}}$$

주1) 30.0 g/equivalent of formaldehyde
주2) 황산의 노르말농도, 0.02 N
주3) 적정에 사용된 황산의 부피, ㎖
주4) 역적정에 사용된 수산화나트륨의 노르말농도, 0.01 N
주5) 역적정에 사용된 수산화나트륨의 부피, ㎖
주6) ③에서 첨가한 포름알데히드 저장용액의 부피, 10 ㎖

(나) 지시약 적정을 이용한 조제

① 250 ㎖ 용량플라스크에 0.1 M 황산나트륨 50 ㎖와 지시약인 0.04% thymophthalein(w/v) 3 방울을 넣는다.

㉮ 0.04% thymophthalein(w/v)는 에탄올과 물을 50:50으로 하는 용매에 중량/부피비로 0.04%가 되도록 조제한다.

② 0.1 N 황산용액 1~2방울 정도를 가)에 떨어뜨려 색이 완전히 무색이 되도록 한다.

㉮ 0.04% thymophthalein(w/v) 지시약은 당량점 이상의 pH에서는 푸른색(blue color)을 나타내고, 당량점이하의 pH에서는 무색을 나타낸다.

③ ①에서 조제된 포름알데히드 저장용액을 3.0~12.0 ㎖를 정확히 취하여 나)용액에 첨가한 후 0.1 N 황산용액으로 이 혼합물을 적정한다. 당량점은 색깔이 무색으로 변하는 지점이다.

④ 농도계산

$$Cs\ mg/m\ell = \frac{30.0^{주1)}\ (Na^{주2)}\ x\ Va^{주3)})}{Vs^{주4)}}$$

주1) 30.0 g/equivalent of formaldehyde
주2) 황산의 노르말농도, 0.1 N
주3) 적정에 사용된 황산의 부피, ㎖
주4) ③에서 첨가한 포름알데히드 저장용액의 부피, ㎖

(5) 탈착효율시료 제조

탈착효율 검증 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 실리카겔관과 공시료용으로 사용할 실리카겔관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 포름알데히드 저장용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 실리카겔관 앞층 실리카겔에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 아세토니트릴을 이용하여 적당히 희석하여 사용한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 실리카겔관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(6) 시료 전처리

(가) 흡착튜브의 앞층과 뒷층의 실라카겔을 각각 다른 4 ㎖ 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 2.0 ㎖의 아세토니트릴을 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

① 카트리지를 사용하여 포름알데히드를 채취한 경우 아세토니트릴로 추출하되 카트리지 제조회사가 권고한 대로 추출을 시행하도록 한다.

(7) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 이때 표준용액의 농도 범위는 현장시료의 농도 범위를 포함하는 것이어야 한다.

(나) 2,4-DNPH-포름알데히드 표준용액을 희석하여 표준용액을 제조한다.

(다) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료를 분석한다.

(라) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.

탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(8) 기기분석

고성능액체크로마토그래피를 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 2,4-디페닐히드라존(포름알데히드 유도체) 분석이 용이하도록 기기를 최적화 시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	3.9 x 150-㎜, stainless steel, packed with 5 ㎛ C-18, Symmetry
시료주입량	20 ㎕
검출기	UV, 360 ㎚
이동상	아세토니트릴 : 초순수= 45 : 55
유량	1.3 ㎖/분

(나) 현장시료, 탈착검증용 시료, 현장공시료 및 공시료의 포름알데히드에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.07 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.19이다.

(9) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 포름알데히드의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 30.0^{주8)}}$$

주1) 시료 앞층에서 분석된 포름알데히드 질량, ㎍
주2) 시료 뒷층에서 분석된 포름알데히드 질량, ㎍
주3) 공시료들의 앞층에서 분석된 포름알데히드 평균질량, ㎍
주4) 공시료들의 뒷층에서 분석된 포름알데히드 평균질량, ㎍
주5) 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) 시료채취 총량, L
주7) 평균 탈착효율
주8) 포름알데히드 분자량

(가) 포름알데히드 저장용액을 실리카겔관에 직접 주입하여 이를 탈착시켜 표준용액을 조제한 경우 표준용액 조제시 탈착효율이 이미 보정된 것이므로 평균 탈착효율은 적용하지 않아도 된다.

(나) 2,4-DNPH-포름알데히드 표준용액을 사용하여 검량선을 작성한 후에 시료 농도를 유도체 농도 값으로 계산한 경우에는 유도체 농도를 포름알데히드 농도로 변환하기 위해 시료에서 발견된 유도체 질량 값에 0.143를 곱해준다.

7.37 노말헥산

7.37.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의 1에 따라 작업장 내 n-헥산(n-Hexane; 110-54-3) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.37.2 시료채취

(1) 시료채취기

활성탄관(coconut shell charcoal, 길이: 7 cm, 외경: 6 ㎜, 내경: 4 ㎜, 앞층: 100㎎, 뒷층: 50 ㎎, 20/40 mesh 또는 이와 동등성능 이상의 흡착성능을 갖는 흡착관)을 사용한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량 (0.01~0.20 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기를 사용하여 적정 유량(0.01～0.20 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

시료채취 직전 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 유연성튜브를 이용하여 활성탄과 펌프를 연결한다. 개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취총량은 다음 표의 정보를 참고하여 시료 채취할 때 활성탄관의 파과가 일어나지 않도록 펌프의 유량 및 시료채취 시간을 조절하여 시료 채취를 한다.

(가) 작업장 공기 중의 습도가 과도하게 높으면 활성탄관안에서 수분의 응축현상이 발생하게 된다. 응축된 수분은 노말헥산이 활성탄관에 흡착되는 것을 방해하므로 수분의 응축 현상이 발생한 시료는 측정시료로 사용하지 말아야 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
0.01～0.20	-	4

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

채취된 시료는 활성탄관의 마개로 완전히 밀봉한 후 상온, 상압 상태에서 운반하며, 시료보관시의 시료안정성은 5 ℃에서 약 30일이다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2～10개를 준비한다.

(가) 현장공시료는 시료채취에 사용하지 않은 활성탄관의 양 끝단을 절단한 후 즉시 마개로 막아 두어야 하며, 시료채취에 활용되지 않은 점만 제외하고 모두 현장시료와 동일하게 취급·운반한다.

(나) 노말헥산의 분석을 방해하거나 방해할 수 있다고 의심되는 물질이 작업장 공기 중에 존재한다면 관련 정보를 시료 분석자에게 시료 전달 시 제공하여야 한다.

7.37.3 분석

(1) 분석기기

불꽃이온화검출기(FID)가 장착된 가스크로마토그래피를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 이황화탄소와 노말헥산을 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 탈착효율 검증시료 제조

탈착효율 검증용 시료분석은 시료 배치(batch)당 최소한 한 번씩은 행해져야 하며, 탈착효율 검증용 시료조제는 다음과 같은 요령으로 조제하여 사용하도록 한다.

(가) 3개 농도수준(저, 중, 고농도)에서 각각 3개씩의 활성탄관과 공시료로 사용할 활성탄관 3개를 준비한다.

(나) 미량 주사기를 이용하여 탈착효율 검증용 용액(stock solution)의 일정량(계산된 농도)을 취해 활성탄관의 앞층 활성탄에 직접 주입한다. 탈착효율 검증용 저장용액은 (가)에서 언급한 3개의 농도수준이 포함될 수 있도록 노말헥산의 원액 또는 이황화탄소에 희석된 노말헥산 용액을 말한다.

(다) 탈착효율 검증용 저장용액을 주입한 활성탄관은 즉시 마개를 막고 하룻밤 정도 실온에 놓아둔다.

(4) 시료 전처리

(가) 활성탄관 앞층과 뒷층의 활성탄을 각각 다른 바이엘에 담는다.

(나) 각 바이엘에 피펫으로 1.0 ㎖의 이황화탄소를 넣고 즉시 마개로 막는다.

(다) 가끔 흔들어 주면서 실온에서 최소한 30분 이상 놓아둔다.

(5) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액의 조제는 적당량의 노말헥산을 취해 이황화탄소에 넣어 혼합시킨 후 이를 이황화탄소로 연속적으로 희석시켜 원하는 농도 범위의 표준용액을 조제하는 희석식 표준용액 조제방법을 사용한다.

(다) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(라) 작업장에서 채취된 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료를 분석한다.

(마) 탈착효율 검증시료는 아래와 같이 탈착효율을 구한다.
탈착효율(DE, desorption efficiency) = 검출량/주입량

(6) 기기분석

가스크로마토그래피를 이용한 노말헥산의 분석은 머무름 시간이 동일한 방해물질 및 다른 화학물질의 존재여부에 따라 칼럼의 종류와 분석기기의 분석조건 등을 다르게 하여 분석하도록 한다. 다음에 예시된 기기분석 조건을 참고하여 노말헥산 분석이 용이하도록 가스크로마토그래피를 최적화시킨다.

(가) 분석조건

칼럼	Capillary, fused silica, 30 m × 0.32-mm ID; 1.00 μm film 100% dimethyl polysiloxane 또는 동등이상의 컬럼
시료주입량	1 ㎕
운반가스	질소 또는 헬륨가스
온도조건	시료도입부 : 250 ℃
	검출기 : 300 ℃
	오븐 : 35 ℃(8분), 7.5 ℃/분, 230 ℃(1분)

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장 공시료 및 공시료의 노말헥산에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 알콜류, 케톤류, 에스테르류 등은 분석시 방해작용을 하기 쉬우므로 보다 극성이 강한 칼럼을 사용하거나 컬럼온도를 조절하여 방해 작용을 피한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.4 ㎍/시료이며, 시료채취분석오차는 0.120이다.

(7) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 노말헥산의 농도를 계산한다.

$$C,\ ppm = \frac{(Wf^{주1)} + Wb^{주2)} - Bf^{주3)} - Bb^{주4)}) \times 24.45^{주5)}}{V^{주6)} \times DE^{주7)} \times 86.18^{주8)}}$$

주1) : 시료 앞층에서 분석된 노말헥산의 질량, ㎍
주2) : 시료 뒷층에서 분석된 노말헥산의 질량, ㎍
주3) : 공시료들의 앞층에서 분석된 노말헥산의 평균질량, ㎍
주4) : 공시료들의 뒷층에서 분석된 노말헥산의 평균질량, ㎍
주5) : 작업환경표준상태(25 ℃, 1 기압)에서 공기부피
주6) : 시료채취 총량, L
주7) : 평균 탈착효율
주8) : 노말헥산의 분자량

7.38 황산

7.38.1 적용범위

이 방법은 산업안전보건법 제107조의1에 따라 작업장 내 황산(Sulfuric acid; 7664-93-9) 노출 농도의 허용기준 초과여부를 확인하기 위해 적용한다.

7.38.2 시료채취

(1) 시료채취기

37 mm 석영 여과지 또는 공극 0.45μm PTFE 여과지, 내산성 2단 카세트 또는 흉곽성 분진 시료채취기를 사용한다.

(가) 석영 여과지는 결합재가 없고(binderless) 열처리된 것이어야 한다.

(2) 시료채취용 펌프

작업자의 정상적인 작업 상황에서 작업자에게 부착 가능해야 하며, 적정유량(1.0~5.0 L/분)에서 8시간 동안 연속적으로 작동이 가능해야 한다.

(3) 유량보정

시료채취기와 펌프를 유연성튜브로 연결한 후, 비누거품 유량보정기 또는 자동유량보정기를 사용하여 적정유량(15~2000 L/분)으로 보정한다. 유량보정은 시료채취 전·후에 실시한다.

(4) 시료채취

개인시료 채취의 경우 펌프를 근로자에게 장착시키고 시료채취기는 근로자의 호흡영역에 부착하여 시료를 채취한다.

(5) 시료채취량

시료채취 시의 펌프유량 및 채취 총량은 다음 표의 정보를 참고하여펌프의 유량 및 시료 채취 시간을 조절하여 시료채취를 한다.

시료채취		
유량(L/분)	총 량(L)	
	최소	최대
1.0~5.0	15	2000

(6) 시료운반, 시료안정성, 현장공시료

시료포집 후 여과지를 용기에 넣은 후 추출액을 주입하고 뚜껑을 닫은 후 냉장 보관상태(4℃)로 운반한다. 시료 보관 시의 시료 안정성은 20 ℃에서 약 1주간, 4 ℃에서 28일간 안정하다. 현장공시료의 개수는 채취된 총 시료 수의 10% 이상 또는 시료세트 당 2~10개를 준비한다.

(가) 채취가 끝난 직후, PTFE 코팅된 핀셋을 이용하여 카세트에 있는 여과지를 10mL 스크류캡 플라스틱 용기로 옮긴다. 약 2mL 추출용액(0.0027M Na_2CO_3 / 0.0003M $NaHCO_3$)으로 카세트 내부표면을 헹구어 용기에 담는다. 용기에 추출용액을 추가하여 최종 용량이 5mL가 되도록 한다.

① 각 여과지를 플라스틱 용기에 넣고 5mL 용리액을 넣어 시료와 함께 실험실로 보낸다. 시료는 냉장 보관하여 실험실로 옮긴다. 실험실로 옮긴 시료는 즉시 냉장(4℃) 보관한다. 시료를 바로 실험실로 보낼 수 없다면 냉장보관 하여야 한다. 시료를 받고 4주 이내 분석을 실시한다.

(나) 추출ㆍ용리액 원액 : 0.27M Na_2CO_3 / 0.03M $NaHCO_3$; 2.86g Na_2CO_3와 0.25g $NaHCO_3$를 25mL 증류수에 넣고 저어서 혼합시킨다. 그런 다음 100mL 용량플라스크에 넣고 마개를 닫아 증류수와 완전히 혼합한다.

(다) 추출ㆍ용리액 : 0.0027M Na_2CO_3 / 0.0003M $NaHCO_3$: 0.27M Na_2CO_3 / 0.03M $NaHCO_3$ 추출ㆍ용리액 원액 10mL를 1L 용량플라스크에 넣고 증류수를 넣어 마개를 닫아 완전히 혼합한다.

7.38.3 분석

(1) 분석기기

전도도검출기가 장착된 이온크로마토그래피(IC)를 사용한다.

(2) 시약

크로마토그래피 분석등급의 Sodium carbonate(Na2CO3), Sodium hydrogen carbonate (NaHCO3)를 사용한다.

(가) 표준용액 및 시료 전처리는 반드시 후드 안에서 작업을 수행해야 한다.

(3) 시료 전처리

(가) 시료 용기를 꺼내서 상온으로 옮긴다.

(나) 초음파 세척기에 넣고 15분 이상 초음파 처리하고 30분 이상 식힌다.

(다) PTFE 실린지 필터를 이용하여 각 시료의 추출용액을 여과하여 깨끗한 플라스틱 용기 또는 오토샘플러 바이알에 담는다.

(4) 검량선 작성과 정도관리

(가) 검출한계에서 정량한계의 10배 농도범위까지 최소 5개 이상의 농도수준을 표준용액으로 하여 검량선을 작성한다. 표준용액의 농도 범위는 현장시료 농도범위를 포함해야 한다.

(나) 표준용액 검증용 표준용액(standard matching solution) : 조제된 표준용액이 정확히 만들어졌는지 이를 검증할 수 있는 표준용액 2개를 만들어 검증하도록 한다.

(다) 제조한 표준용액은 폴리에틸렌 용기에 넣고 단단히 밀폐시킨다. 표준용액은 매주 새로운 용액으로 준비하여야 한다.

(라) 이온의 피크 높이(mm 또는 μS[micro siemens]) 대 농도(mg/L)로 이온크로마토그래피 검량선을 작성한다.

(마) 현장시료, 시약공시료, 현장 공시료를 20개 씩 분석할 때마다 최소 3개의 표준시료를 같이 분석한다.

(5) 기기분석

이온크로마토그래피를 이용한 황산의 분석은 원하는 용리액 유량(예: 1.5 mL/분)과 컬럼 압력(예: 1.1 × 105 kPa) 및 제조회사의 권고에 따라 이온크로마토그래프를 작동시키고 기타 조건을 설정한다.

시료의 일부를 분취하고(예를 들어 50 μL를 크로마토그래프에 주입한다), sulfate 피크의 피크높이를 측정한다. 피크 높이가 검량선 범위를 초과하면 용리액으로 시료를 희석하고 재분석하여 적절한 희석계수를 계산에 적용한다.

(가) 분석조건

칼럼	음이온 분석용 컬럼
시료주입량	50 ㎕
용리액	용리액 : 2.7 mM Na_2CO_3 / 0.3 mM $NaHCO_3$, flowrate 1.5 mL/min

(나) 현장시료, 탈착효율 검증시료, 현장공시료 및 공시료의 황산에 해당하는 피크 면적 또는 높이를 측정한다.

(다) 검출한계 및 시료채취분석오차

이 방법의 검출한계는 0.002 mg/시료 이며, 시료채취분석오차는 0.216이다.

(6) 농도

다음 식에 의해 작업장의 공기 중 황산의 농도를 계산한다.

$$C = [\frac{(C_1 V_1 F_d) - (C_0 V_0)}{V}] \times F_c$$

C : 분석물질의 농도(mg/m^3)
C_0 : 공시료에서 음이온의 평균농도(mg/L)
C_1 : 시료에서 음이온의 농도(mg/mL)
V : 공기채취량(L)
V_0 : 공시료 용액의 부피(mL)
V_1 : 시료 용액의 부피(mL)
F_d : 각 시료 테스트 용액의 희석계수
F_c : 음이온에서 산농도로 전환하기 위한 전환계수(1.021)

8. 측정 농도의 평가 방법

(1) 측정한 유해인자의 시간가중평균값 및 단시간 노출값을 구한다.

(가) X_1(시간가중평균값)

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot T_1 + C_2 \cdot T_2 + \cdots + C_n \cdot T_n}{8}$$

C : 유해인자의 측정농도(단위 : ppm, mg/m3 또는 개/cm3)
T : 유해인자의 발생시간(단위 : 시간)

(나) X_2(단시간 노출값)

STEL 허용기준이 설정되어 있는 유해인자가 작업시간내 간헐적(단시간)으로 노출되는 경우에는 15분간씩 측정하여 단시간 노출값을 구한다.

① 단, 시료채취시간(유해인자의 발생시간)은 8시간으로 한다.

(2) $X_1(X_2)$을 허용기준으로 나누어 Y(표준화 값)를 구한다.

$$Y(\text{표준화 값}) = \frac{X_1(X_2)}{\text{허용기준}}$$

(3) 95%의 신뢰도를 가진 하한치를 계산한다.

$$\text{하한치} = Y - \text{시료채취분석오차}$$

(4) 허용기준 초과여부 판정

(가) 하한치 > 1일 때 허용기준을 초과한 것으로 판정한다.

(나) 상기 1.나.의 값을 구한 경우 이 값이 허용기준 TWA를 초과하고 허용기준 STEL 이하인 때에는 다음 어느 하나 이상에 해당되면 허용기준을 초과한 것으로 판정한다.

① 1회 노출지속시간이 15분 이상인 경우

② 1일 4회를 초과하여 노출되는 경우

③ 각 회의 간격이 60분 미만인 경우

[부록1] 유해인자별 노출 농도의 허용기준(제145조제1항 관련)

유해인자		허용기준			
		시간가중평균값(TWA)		단시간 노출값(STEL)	
		ppm	mg/㎥	ppm	mg/㎥
1. 6가크롬[18540-29-9] 화합물(Chromium VI compounds)	불용성		0.01		
	수용성		0.05		
2. 납[7439-92-1] 및 그 무기화합물(Lead and its inorganic compounds)			0.05		
3. 니켈[7440-02-0] 화합물(불용성 무기화합물로 한정한다)(Nickel and its insoluble inorganic compounds)			0.2		
4. 니켈카르보닐(Nickel carbonyl; 13463-39-3)		0.001			
5. 디메틸포름아미드(Dimethylformamide; 68-12-2)		10			
6. 디클로로메탄(Dichloromethane; 75-09-2)		50			
7. 1,2-디클로로프로판(1,2-Dichloro propane; 78-87-5)		10		110	
8. 망간[7439-96-5] 및 그 무기화합물(Manganese and its inorganic compounds)			1		
9. 메탄올(Methanol; 67-56-1)		200		250	
10. 메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트) [Methylene bis(phenyl isocya nate); 101-68-8 등]		0.005			
11. 베릴륨[7440-41-7] 및 그 화합물(Beryllium and its compounds)			0.002		0.01
12. 벤젠(Benzene; 71-43-2)		0.5		2.5	
13. 1,3-부타디엔(1,3-Butadiene; 106-99-0)		2		10	
14. 2-브로모프로판(2-Bromopropane; 75-26-3)		1			
15. 브롬화 메틸(Methyl bromide; 74-83-9)		1			
16. 산화에틸렌(Ethylene oxide; 75-21-8)		1			

17. 석면(제조・사용하는 경우만 해당한다)(Asbestos; 1332-21-4 등)		0.1개/㎤		
18. 수은[7439-97-6] 및 그 무기화합물(Mercury and its inorganic compounds)		0.025		
19. 스티렌(Styrene; 100-42-5)	20		40	
20. 시클로헥사논(Cyclohexanone; 108-94-1)	25		50	
21. 아닐린(Aniline; 62-53-3)	2			
22. 아크릴로니트릴(Acrylonitrile; 107-13-1)	2			
23. 암모니아(Ammonia; 7664-41-7 등)	25		35	
24. 염소(Chlorine; 7782-50-5)	0.5		1	
25. 염화비닐(Vinyl chloride; 75-01 -4)	1			
26. 이황화탄소(Carbon disulfide; 75-15-0)	1			
27. 일산화탄소(Carbon monoxide; 630-08-0)	30		200	
28. 카드뮴[7440-43-9] 및 그 화합물 (Cadmium and its compounds)		0.01 (호흡성 분진인 경우 0.002)		
29. 코발트[7440-48-4] 및 그 무기화합물 (Cobalt and its inorganic compounds)		0.02		
30. 콜타르피치[65996-93-2] 휘발물 (Coal tar pitch volatiles)		0.2		
31. 톨루엔(Toluene; 108-88-3)	50		150	
32. 톨루엔-2,4-디이소시아네이트 (Toluene-2,4-diisocyanate; 584-84-9 등)	0.005		0.02	
33. 톨루엔-2,6-디이소시아네이트 (Toluene-2,6-diisocyanate; 91-08-7 등)	0.005		0.02	
34. 트리클로로메탄(Trichloromethane; 67-66-3)	10			
35. 트리클로로에틸렌(Trichloroethylene; 79-01-6)	10		25	
36. 포름알데히드(Formaldehyde; 50 -00-0)	0.3			
37. n-헥산(n-Hexane; 110-54-3)	50			
38. 황산(Sulfuric acid; 7664-93-9)		0.2		0.6

[부록2] 허용기준 유해인자 화학물질의 시료채취분석오차(SAE)

연번	유해인자	시료채취분석오차(SAE)
1	6가크롬[18540-29-9]	0.174
2	납[7439-92-1] 및 그 무기화합물(Lead and its inorganic compounds)	0.176(AAS)
3	니켈[7440-02-0] 화합물(불용성 무기화합물로 한정한다) (Nickel and its insoluble inorganic compounds)	0.264(AAS)
4	니켈카르보닐(Nickel carbonyl; 13463-39-3)	0.264(AAS)
5	디메틸포름아미드(Dimethylformamide; 68-12-2)	0.117
6	디클로로메탄(Dichloromethane; 75-09-2)	0.158
7	1,2-디클로로프로판(1,2-Dichloro propane; 78-87-5)	0.155(Anasorb관)
8	망간[7439-96-5] 및 그 무기화합물(Manganese and its inorganic compounds)	0.132(AAS)
9	메탄올(Methanol; 67-56-1)	0.102
10	메틸렌 비스(페닐 이소시아네이트) [Methylene bis(phenyl isocya nate); 101-68-8 등]	0.396
11	베릴륨[7440-41-7] 및 그 화합물(Beryllium and its compounds)	0.132
12	벤젠(Benzene; 71-43-2)	0.114
13	1,3-부타디엔(1,3-Butadiene; 106-99-0)	0.115
14	2-브로모프로판(2-Bromopropane; 75-26-3)	0.107
15	브롬화 메틸(Methyl bromide; 74-83-9)	0.204
16	산화에틸렌(Ethylene oxide; 75-21-8)	0.132
17	석면(제조·사용하는 경우만 해당한다)(Asbestos; 1332-21-4 등)	0.3
18	수은[7439-97-6] 및 그 무기화합물(Mercury and its inorganic compounds)	0.042
19	스티렌(Styrene; 100-42-5)	0.132
20	시클로헥사논(Cyclohexanone; 108-94-1)	0.108
21	아닐린(Aniline; 62-53-3)	0.120
22	아크릴로니트릴(Acrylonitrile; 107-13-1)	0.288
23	암모니아(Ammonia; 7664-41-7 등)	0.204
24	염소(Chlorine; 7782-50-5)	0.120
25	염화비닐(Vinyl chloride; 75-01 -4)	0.168
26	이황화탄소(Carbon disulfide; 75-15-0)	0.129
27	일산화탄소(Carbon monoxide; 630-08-0)	0.100
28	카드뮴[7440-43-9] 및 그 화합물(Cadmium and its compounds)	0.132(AAS)
29	코발트[7440-48-4] 및 그 무기화합물(Cobalt and its inorganic compounds)	0.132(AAS)
30	콜타르피치[65996-93-2] 휘발물(Coal tar pitch volatiles)	0.162
31	톨루엔(Toluene; 108-88-3)	0.132
32	톨루엔-2,4-디이소시아네이트(Toluene-2,4-diisocyanate; 584-84-9 등)	0.168
33	톨루엔-2,6-디이소시아네이트(Toluene-2,6-diisocyanate; 91-08-7 등)	0.168
34	트리클로로메탄(Trichloromethane; 67-66-3)	0.198
35	트리클로로에틸렌(Trichloroethylene; 79-01-6)	0.198
36	포름알데히드(Formaldehyde; 50 -00-0)	0.171
37	n-헥산(n-Hexane; 110-54-3)	0.120
38	황산(Sulfuric acid; 7664-93-9)	0.216

[부록3] 허용기준 유해인자의 분석기기

분석기기	검출기	유해인자	비고
아온크로마토그래피(IC)	전도도 검출기 분광검출기	6가 크롬 암모니아 염소 황산	7-1 7-23 7-24 7-38
고성능액체크로마토그래피(HPLC)	자외선-가시광선 검출기 형광 검출기	메틸렌 비스(페닐이소시아네이트) 2,4-톨루엔디이소시아네이트 2,6-톨루엔디이소시아네이트 포름알데히드	7-10 7-32 7-33 7-36
유도결합플라즈마분광광도계(ICP) 또는 원자흡광광도계(AAS)		납, 니켈 니켈카르보닐 망간 베릴륨 카드뮴 코발트	7-2 7-3 7-4 7-8 7-11 7-28 7-29
	Cold Vapor	수은	7-18
가스크로마토그래피(GC)	불꽃이온화검출기(FID)	디메틸포름아미드 1,2-디클로로메탄 1,2-디클로로프로판 메탄올 벤젠 1,3-부타디엔 2-브로모프로판 브롬화메틸 스티렌 시클로헥사논 아닐린 아크릴로니트릴 염화비닐 이황화탄소 톨루엔 트리클로로메탄 트리클로로에틸렌 노말헥산	7-5 7-6 7-7 7-9 7-12 7-13 7-14 7-15 7-19 7-20 7-21 7-22 7-25 7-26 7-31 7-34 7-35 7-37
	전자포획검출기(ECD)	1,2-디클로로프로판 산화에틸렌	7-7 7-16
위상차현미경		석면	7-17
직독식 측정기	전기화학식 센서 비분산적외선 방식 센서 전기화학실 센서	일산화탄소	7-27
전자저울		콜타르피치	7-30

기술지원규정 개정 이력

□ 제정일 : 2026. 1. 30.

○ 제정자 : 국립창원대학교 산학협력단

○ 제정사유 : 유해인자 허용기준 이하 유지 대상의 측정·분석 기술지침을 통폐합

관리번호	기술지원규정명	정비유형
E-H-4-2026	유해인자 허용기준 이하 유지 유해인자에 대한 작업환경측정·분석에 관한 기술지원규정	통폐합(개정)
A-2-2019	납에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	통폐합(폐지)
A-3-2019	니켈에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-5-2019	망간에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-14-2019	카드뮴에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-15-2019	코발트에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-44-2019	수은에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-49-2019	니켈카르보닐에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-173-2019	6가크롬에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-20-2019	브롬화메틸에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-24-2019	트리클로로에틸렌에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-28-2019	트리클로로메탄에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-40-2019	2-브로모프로판에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-56-2019	포름알데히드에 대한 작업환경측정·분석 기술지침(HPLC법)	
A-57-2018	포름알데히드에 대한 작업환경측정·분석 기술지침(GC법)	
A-69-2019	벤젠에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-70-2019	스티렌에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-72-2019	톨루엔에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-76-2019	톨루엔-2,4-디이소시아네이트에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-77-2019	톨루엔-2,6-디이소시아네이트에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-79-2019	메틸렌비스페닐이소시아네이트에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-90-2019	1,3-부타디엔에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-91-2019	아닐린에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-96-2019	아크릴로니트릴에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-99-2019	이황화탄소에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-109-2019	시클로헥사논에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-114-2019	N,N-디메틸포름아미드에 대한 작업환경측정.분석 기술지침	
A-117-2023	메탄올에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-188-2021	1,2-디클로로프로판에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-174-2019	산화에틸렌에대한작업환경측정·분석기술지침	
A-189-2021	일산화탄소에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-176-2019	암모니아에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-177-2019	염소에대한작업환경측정·분석기술지침	
A-179-2019	황산에대한작업환경측정·분석기술지침	
A-7-2019	베릴륨에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-22-2019	염화비닐에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-178-2019	콜타르피치 휘발물에 대한 작업환경측정·분석기술지침	
A-175-2019	석면에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	
A-19-2019	디클로로메탄에 대한 작업환경측정·분석 기술지침	

기술지원규정 개정 이력

○ 주요 제정 내용

- 유해인자 허용기준 이하 유지 대상 38종에 대한 최신화
- 관련 법령 검토 및 최신화
- 38종에 대한 분석장비, 시료포집 매체에 따른 분류

KOSHA GUIDE
기술지원규정

·규정번호 : E-H-4-2026
·심　　의 : 산업안전보건표준제정위원회
·공 표 일 : 2026. 1. 30.