

## 작업환경관리

### 유해물질의 측정방법 연구

산업이 다양화·고도화됨에 따라 생산공정중에 불가피하게 발생되는 수많은 유해물질의 포집, 분석방법에 대하여 우리실정에 알맞는 표준방법을 정함으로써 사업장 유해환경측정에 참고가 되고 나아가서 작업환경측정방법의 일원화를 도모하고자 노동부 국립노동과학연구소에서 수년간에 걸쳐 비교 연구하여 최근 보고한 바 있는 유해물질의 표준 실험방법을 소개하고자 한다.

● 편 집 실

# 이 황 화 탄 소

## (Carbondisulfide)

### 1. 일반적인 성질

동 의 어	Carbon bisulfide, Dithiocarbonic anhydride				
분 자 식	CS <sub>2</sub>				
용 도	비스코스겐, 셀로판, 사염화탄소 가스제, 계면활성제, 살충제, 용제				
성 상	분 자 량	76.14	용 점	-111.6 °C	
	비 중	1.26 (20 °C)	끓 는 점	46.3 °C	
	인 화 점	-22 °F 밀폐된 상태			
	증 기 압	360 mmHg (25 °C), 400 mmHg (28 °C)			
	색 갈	무색 또는 담황색	증 기 밀도	2.6	
	용 해 도	물에 난용	발 화 점	100 °C	
	허 용 농 도	ACGIH	TWA	20 ppm (60 mg / m <sup>3</sup> ) 10 ppm (30 mg / m <sup>3</sup> ) STEL	30 ppm (90 mg / m <sup>3</sup> )
	한 국	TWA	20 ppm	STEL	90 ppm
	OSHA	TWA	20 ppm		
위험 및 유해성	가. 인화성 및 폭발성 ○ 폭발범위 : 1.3 ~ 44 % ○ 휘발성이 크고 극히 인화하기 쉽다. ○ 발화점이 극히 낮으므로 액체가 전구의 표면이나 고온이나 증기 파이프 등에 접촉만 하여도 발화하는 수가 있다. ○ 증기는 공기보다 무거워서 낮은 곳에 잔류하여 폭발성 혼합가스를 만든다.				

나. 인체에 미치는 영향

- 증기를 흡입하거나 피부로부터 흡수되어 중독을 일으키고 액체 또는 농후한 증기는 눈, 코, 피부를 심하게 자극한다.
- 급성중독은 마비작용, 만성중독은 두통, 현기증, 오심(惡心) 또는 신경계를 침해하여 발광증상을 일으킬 수도 있으며 위장장해를 일으키기도 한다.

2. 시료포집방법

가. 액체포집법

소형가스흡수관에 흡수액 3.0 ml를 넣어서 50 ml/min 전후의 미량으로 시료공기를 흡인한다. 흡인액이 황색을 띠게 되었을 때 흡인을 그만 두고, 흡인시료공기량을 기록한다.

소형가스흡인관내의 액은 농도가 균일하게 되도록 혼합하여 시료액으로 한다.

나. 고체포집법

활성탄관을 사용하여 포집하며 유량은 50 ml/min이며 대개의 흡인시료량은 3 l 정도가 되게 한다.

이 경우, 시료포집시간, 압력, 농도를 정확하게 기록한다.

3. 분석방법

가. 흡광광도분석법

1) 원리

환기중의 이황화탄소를 디에틸아민과 황산구리를 혼합한 흡수액에 포집하면, 즉시 반응하여 디에틸디티오카르바민산 구리의 황색을 띤다.

그 흡광도를 측정하여 이황화탄소를 정량한다.

2) 기구

가) 시료포집용기구

소형가스흡수관을 포집기구로 하여 3 방콕이 달린 금속제 펌프(100 ml) 또는 주사관(100 ml)을 사용하여 시료공기를 흡인한다.

나) 분광광도계

3) 시약

가) 황산구리용액

황산구리(CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) 507 mg을 약 50 ml 증류수에 녹여서 메스플라스크(100 ml)로 옮긴다. 그것에 구연산암모늄 용액(10W/V%) 1 ml와 암모니아수 3 ml를 가한 다음, 증류수로 보정하고 이것을 구리원액으로 한다.

사용할때는 구리원액 1 ml를 메스플라스크(100 ml)에 넣은 다음, 구연산암모늄 용액(10W/V%) 0.5 ml를 가하고, 에탄올(90V/V%)로 보정하여 만든다.

나) 디에틸디티오카르바민산나트륨용액

디에틸디티오카르바민산나트륨[(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NC-SSNa] 0.2 g을 공전시험관에 넣고, 증류수에 녹여서 10 ml로 만든다.

그 1 ml를 공전삼각플라스크(100 ml)에 넣고, 에탄올(90V/V%)로 100 ml로 보정하여 조제한다.(사용시 조제)

다) 흡수액

염산디에틸아민[(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NH · HCl] 0.5 g을 공전삼각플라스크(100 ml)에 넣은 다음, 황산구리용액 20 ml와 암모니아수 0.4 ml를 가하고, 에탄올(90V/V%)로 100 ml로 보정하여 조제한다.

라) 표준액

메스플라스크(100 ml)에 황산구리용액 10.0 ml를 넣고, 디에틸디티오카르바민산나트륨 용액으로 보정 · 조제한다.

이 혼합용액은 디에틸카르바민산구리의 생성

에 의하여 미황색을 띠며 흡수액중에 이황화탄소를 포집했을 경우의 다음의 농도에 상당하는 표준액이 된다.

$$\begin{aligned} \text{표준액 } 1 \text{ ml} &= \text{이황화탄소 } 3.1 \mu\text{g} \\ &= \text{이황화탄소 증기 } 1 \mu\ell \end{aligned}$$

#### 4) 분석과정

##### 가) 시료분석

- ① 시료액을 10mm의 셀에 옮겨서 흡수액을 대조로 하여 파장 420nm 부근에서의 흡광도를 측정하여 그 수치를 As라 한다.
- ② 표준액은 디에틸디티오카르바민산나트륨용액을 대조로 해서 같은 파장의 흡광도를 측정하여 그 수치를 A라 한다.

##### 5) 농도계산

표준액의 흡광도는 흡수액중에 3.1ug/ml의 이황화탄소를 함유할 때의 흡광도에 해당하므로, 다음식에 의하여 시료공기중의 이황화탄소 농도를 산출한다.

$$\begin{aligned} \text{이황화탄소농도 (ppm)} &= 3.1(\text{ug/ml}) \\ &\times \frac{\text{As}}{\text{A}} \times g \times \frac{24.46}{76.14} \times \frac{1}{Q} \\ &= 3.1(\mu\text{g/ml}) \times \frac{\text{As}}{\text{A}} \times 0.32 \times \frac{g}{Q} \end{aligned}$$

$g$  = 흡수액량 (ml)

$Q$  = 흡수시료공기량 (ℓ)

##### 6) 기타

가) 정색은 에탄올의 농도에 의하여 영향을 받는다.

나) 환기중에 황화수소가 함유되었을 때는 초산납용액(10%)에 담가서 말린 탈지면을 채워 넣은 유리관을 소형가스흡수관 앞에 부착하여 그것에 의하여 황화수소를 제거한다.

다) 표준액을 일정한 비율로 디에틸디티오

카르바민산나트륨 용액으로 희석한 용액을 사용하여 표준선법으로 이황화탄소를 정량해도 된다.

라) 약 5ppm의 이황화탄소를 함유하는 공기를 50ml/min의 유량으로 흡인하여 거의 100%의 포집율을 얻었다.

#### 나. 원자흡광광도법

##### 1) 원리

환기중의 이황화탄소를 활성탄관에 포집해서 피로리딘을 포함하고 있는 이소아밀아세테이트로 탈착하고 유기용액을 황산구리용액에 (PH1.5~2.5) 넣어 혼든다. 구리이온은 이황화탄소와 피로리딘이 PDTC킬레이트를 형성하므로 유기형태로 추출된다.

유기형태의 구리양을 324.7nm에서 원자흡광광도계를 이용하여 측정한다.

##### 2) 기구

- 가) 유량계
  - 나) 개인시료포집용 펌프
  - 다) 활성탄관
  - 라) 구리 중공음극방전램프(Cu-hollow cathode lamp)
  - 마) 셰이커 (shaker)
  - 바) 피펫, 메스플라스크
- ##### 3) 시약
- 가) 이소아밀아세테이트
  - 나) 피로리딘
  - 다) 0.1M, 피로리딘

8.4 ml 원액을 메스플라스크에 넣고 증류수로 100 ml를 보정한다.

라) 0.01M 황산구리용액  
0.2497g을 증류수에 녹이고, 100 ml까지 정량·조제한다.

마) 0.001M 황산구리용액  
0.01M 황산구리 10 ml를 메스플라

스크에 넣고 100 ml까지 희석한다.

바) 0.1M 염산

진한 염산 8.6 ml를 증류수로 1 l 까지 보정한다.

사) 이황화탄소, 표준액 "A" (1.26 mg/ml)

1 ml 이황화탄소를 이소아밀아세테이트 100 ml가 들어있는 메스플라스크에 넣고 이소아밀아세테이트 1 l 까지 보정한다.

뚜껑을 단단히 막고 보존한다.

아) 이황화탄소 표준액 "B" (25.2 µg/ml)

표준액 A 2 ml를 100 ml 메스플라스크에 넣고, 이소아밀아세테이트로 보정한다.

#### 4) 분석과정

가) 시료분석

- ① 활성탄관을 실온으로 방치한다.
- ② 제 1 단계를 비이커에 붓는다. (뚜껑 있는 40 ml 정도의 기구)
- ③ 제 2 단계를 다른 비이커에 담는다.
- ④ 20 ml 이소아밀아세테이트와 1 ml의 0.01M 피코리딘을 첨가한다.
- ⑤ 뚜껑을 막고 30 분간 흔든다.
- ⑥ 10 ml 0.001M 황산구리용액을 첨가하고 0.1M 염산으로 PH 1.5~2.5 사이로 조절한다.
- ⑦ 다시 뚜껑을 막고 5 분동안 흔든 후 정치시킨 다음, 유기상을 324.7 nm에서 원자흡광도계로 분석한다.

나) 표준선 작성

- ① 표준액 "B" (25.2 µg/ml)를 0.5, 1, 5, 10, 15 ml를 넣고 이소아밀아세테이트로 25 ml까지 보정한다.
- ② 각각의 표준계열을 20 ml씩 40 ml 메스플라스크에 옮긴다.

③ 0.001M 황산구리 10 ml를 넣고, 0.1 M 염산으로 PH 1.5~2.5 사이를 조절한다.

④ 뚜껑을 막고 5 분동안 흔든 후 정치시킨다.

⑤ 324.7 nm에서 유기상을 원자흡광도계를 통하여 분석한다.

⑥ 표준선을 작성한다.

#### 5) 농도계산

가) 표준선을 이용하여 시료액의 피크에 해당하는 시료량 (mg)을 산출한다.

$$mg = mg_{\text{시료}} - mg_{\text{블랭크}}$$

$$mg_{\text{시료}} = \text{제 1 단계에서 얻은 량 (mg)}$$

$$mg_{\text{블랭크}} = \text{블랭크에서 얻은 량 (mg)}$$

\* 제 2 단계에서도 동일하게 산출

나) 총량 = 제 1 단계에서 얻은 량 + 제 2 단계에서 얻은 량

다) 이황화탄소의 농도 (mg/ml)

$$mg/ml = \frac{\text{총량 (mg)} \times 1,000}{\text{흡인시료공기량 (l)}}$$

$$ppm = mg/ml \times \frac{24.45}{M.W} \times \frac{760}{P} \times \frac{T + 273}{298}$$

P = 시료포집할때 대기압 (mm Hg)

T = 시료포집할때 온도 (°C)

24.45 = 25°C, 760 mmHg, 몰부피 (l/mole)

M.W = 분자량

760 = 표준압

298 = 표준온도 (°K)

#### 6) 기타

가) 포집할때 습기는 활성탄관에 부하량을 증가시키는 원인이 된다.

나) 제 2 단계의 시료량이 제 1 단계의 시료량의 2.5%를 초과할 경우 시료손실을 예상할 수 있다.