

유해물질의 측정방법 연구

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

편 집 실

테트라 클로로 에틸렌 (Tetra Chloroethylene)

1) 일반적인 성질

동 의 어	Perchloroethylene, Carbondichloride, Ethylene tetrachloride		
분 자 식	$Cl_2C = CCl_2$		
용 도	드라이클리닝용제, 원모세척비누용제, 셀룰로오스에 스틸 및 에 르의 혼합물용제, 기타용제		
성 상	분 자 량	165.84	
	비 중	1.625	
	융 점	-22 °C	
	끓 는 점	121.2 °C	
	증 기 압	mmHg 5 10 18.45 30 40 °C 2.4 14 25 34.4 40.1	
	색 갈	무색	
	용 해 도	물에 불용, 대부분의 유기용제와 기름에 용해	
	증기밀도	5.8	
상대적 기체비중	1.12 (공기=1)		
허용농도	ACGIH	TWA	100 ppm (670 mg/m ³) 50 ppm (335 mg/m ³)
		STEL	150 ppm (1000 mg/m ³) 200 ppm (1340 mg/m ³)
	한 국	TWA	100 ppm (670 mg/m ³)
		STEL	150 ppm (1000 mg/m ³)

	OSHA 100 ppm
위험 및 유해성	<p>가. 인화성 및 폭발성</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ 없 음 ○ 고온에서 공기와 접촉하면 열분해하여 일산화탄소, 염소, 포스젠 등의 유해 가스를 발생한다. <p>나. 인체에 미치는 영향</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ 액체와 계속 접촉하면 피부로도 흡수된다. ○ 고농도의 경우는 눈, 코, 목을 자극하고 마취작용이 있으며 두통, 현기증, 오심, 의식상실등을 일으킨다.

2) 시료포집방법

(1) 고체포집방법

실리카겔관은 시료포집용기구를 사용하여 약, 0.5 l/min의 유량으로 시료공기를 흡인한다.

이 경우, 시료포집시간은 정확히 측정하고, 흡인시료공기량을 기록해 둔다.

활성탄관의 양끝을 커터로 잘라내고, 활성탄층의 짧은부분(50mg)이 흡인층이 되도록 고무관 또는 수지관을 사용해서 흡인펌프와 접속하여 0.5~1 l/min의 일정유량으로 시료공기를 흡인한다.

이 경우, 시료포집시간을 정확히 측정하여, 흡인시료공기량을 기록해 둔다.

3) 분석방법

(1) 가스크로마토그래프법 (실리카겔관에 의한 방법)

가. 원 리

環氣中の 테트라클로로에틸렌을 실리카겔관에 포집해서 아세톤으로 탈착하여 시료액으로 한 후, 그 일정량을 가스크로마토그래프에 도입하여 정량한다.

나. 시 약

가) 탈착용매

아세톤을 사용한다. 10 μl 를 가스크로마토그래프에 도입했을때 분석의 방해가 되는 피크가 나타나지 않는 것.

나) 테트라클로로에틸렌

표준액의 조제에 사용한다.

다) 표준용액 조제

테트라클로로에틸렌의 일정량을 취해서 용량법 또는 중량법에 따라 탈착용매로 희석하여 600 μg/ml의 표준액을 조제한 후, 다시 탈착용매로 2, 4, 20배의 희석용액을 조제한다.

여기에서 얻어지는 600, 300, 150, 30 μg/ml의 농도단계용액을 표준계열액으로 한다.

다. 기 구

가) 시료포집 및 처리용기구

① 실리카겔관 : U자관에 크로마토그래프용 실리카겔(20~40 메시, 100℃에서 1시간 가열한 것) 약, 8ml를 채우고, 양끝을 글라스울을 채운 것.

흡입구에 L자형의 탈수관(무수탄산칼륨 사용)을 테플론관을 사용하여 접속한다.

② 흡인펌프 : 실리카겔관을 통하여 약, 0.5 l/min의 유량으로 시료공기를 흡인할 수 있는 것.

③ 유 량 계 : 0.5 l/min 전후의 유량을 정확히 측정할 수 있는 것.

④ 공전시험관 : 25 ml

나) 가스크로마토그래프 분석장치

① 검출기 : FID

② 컬 럼 : 내경 약 3mm 길이 약 2m의 스테인레스제 충전관에 충전제를 균일하게 채운 것.

③ 충전제 : 일반적인 유기용제분석용의 충전제를 사용할 수 있으나, 공존성분의 종류와 양

에 따라 충전제를 선정할 필요가 있다. 예를 들면 다음과 같은 고정상을 쓸 수 있다.

○ 담체크로모솔브 WAW(60~80메시)에 폴리에틸렌글리콜(PEG) 20M을 10wt %의 비율로 코오팅한 것.

○ 담체크로모솔브 WAW(60~80메시)에 스퀴알렌 10wt %의 비율로 코오팅한 것.

다) 가스크로마토그래프 조건

- ① 캐리어 가스: 질소의 유량: 20~30ml/min
- ② 검출 부온도: 약 130℃
- ③ 시료도입부온도: 약 100℃
- ④ 컬럼항온조온도: 약 70℃ (스쿠알렌은 약 80℃)

라. 분석과정

가) 시료액의 조제

시료를 포집한 실리카겔을 아세톤 5.0ml가 들어있는 공전시험관에 재빨리 옮겨서 밀봉한다.

U자관을 5.0ml의 아세톤으로 세척하여 앞의 시험관에 합친다. 때때로 시험관을 흔들면서 30분간 이상 방치하여 이것을 시료액으로 한다.

나) 시료의 분석

시료액 2.0μl를 마이크로실린지로 가스크로마토그래프에 도입하여 얻어지는 크로마토그램상의 테트라클로로에틸렌의 피이크높이 또는 면적을 측정하고, 표준선에 의하여 시료액중의 테트라클로로에틸렌량을 구한다.

다) 표준선 작성

표준계열액의 각각 일정량(2.0μl)을 가스크로마토그래프에 도입하여 얻어지는 크로마토그래프상의 피이크높이 또는 면적과 테트라클로로에틸렌량과의 관계를 나타내는 표준선을 작성한다.

마. 농도계산

시료공기중의 테트라클로로에틸렌의 농도는 다음의 식에 의하여 산출한다.

테트라클로로에틸렌 농도(ppm)

=테트라클로로에틸렌량(μg/ml) × g ×

$$\frac{24.46}{165.83} \times \frac{1}{Q}$$

=테트라클로로에틸렌량(μg/mg) × 0.15 × $\frac{g}{Q}$

g : 시료의 탈착에 사용한 아세톤의 액량(ml)

Q : 흡인시료공기량(l)

(2) 가스크로마토그래프(활성탄관에 의한 방법)

가. 원리

환기중의 테트라클로로에틸렌을 활성탄관에 포집해서 이황화탄소로 탈착하여 시료액으로 한후, 그 일정량을 가스크로마토그래프에 도입하여 정량한다.

나. 시약

가) 탈착용매

이황화탄소를 사용한다.

나) 테트라클로로에틸렌

다) 표준용액의 조제

테트라클로로에틸렌의 일정량을 탈착용매로 희석하여 600μg/ml의 표준액을 조제한 후, 다시 탈착용매로 5, 10, 20, 40배의 희석용액을 조제한다.

여기서 얻어지는 600, 120, 60, 30, 15μg/ml의 농도단계액을 표준계열액으로 한다.

다. 기구

가) 시료포집 및 처리용 기구

① 활성탄관: 시판의 활성탄관에는 핏츠버어그활성탄(Pitlssburgh PCB 12×30)

또는 스피활성탄(Sipin 20×40)을 100mg과 50mg의 2층으로 나누어서 채운 것이 있다.

② 흡인펌프

③ 유량계

④ 공전시험관

나) 가스크로마토그래프 분석장치

① 검출기: FID

② 컬럼: 내경 약 3mm 길이 약 2m의 스테인레스제 충전관에 충전제를 균일하게 채운 것.

③ 충전제: 일반적인 유기용제분석용의 충전제를 사용할 수 있으나, 공존성분의 종류와 양에 따라 충전제를 선정할 필요가 있다.

○ 담체크로모솔브 WAW(60~80메시)에 폴리에틸렌글리콜(PEG) 6000을 10wt %의 비율로 코오팅한 것.

○ 담체크로모솔브 WAW(60~80메시)에 PEG 20M을 15wt %의 비율로 코오팅한 것.

다) 가스크로마토그래프 조건

- ① 캐 리 어 가 스 : 질소 유량 :
20 ~ 30 ml
- ② 검 출 부 온 도 : 약 150 °C
- ③ 시료도입부온도 : 약 150 °C
- ④ 컬럼항온조온도 : 약 150 °C

라. 분석과정

가) 시료액의 조제

① 분석할때, 활성탄관의 공기흡인측에 유리관의 부분을 패킹 (글라스울)에 가까운 위치에서 잘라서 글라스울을 제거한 후, 100mg 충전층의 활성탄만을 공전시험관에 옮긴다. (일반적으로는 50mg 충전층의 활성탄에 대하여 분석을 할때도 동일하게 한다.)

② 공전시험관에 이황화탄소 1ml 또는 2ml 를 흡피펫으로 가해서 즉시 밀봉한 후, 15초동안 흔들어서 섞고, 실온에 방치한다.

③ 방치시간은 약 2시간으로 하고 최초의 1시간에 15초 정도의 진탕을 3~4회 되풀이하고, 나머지 1시간은 정치하여 활성탄의 입자를 완전히 가라 앉힌다.

④ 위의 맑은액을 시료액으로 한다.

나) 시료의 분석

① 시료액의 일정량(0.5 μl 또는 1.0 μl) 을 가스크로마토그래프에 도입하여 크로마토그램을 얻는다.

다) 표준선 작성

표준계열액의 일정량(0.5 μl 또는 1.0 μl) 을 가스크로마토그래프에 도입하고, 얻어지는 크로마토그램으로부터 피이크높이 또는 피이크면

적과 테트라클로로에틸렌 량과의 관계를 나타내는 표준선을 작성한다.

마. 농도계산

시료액의 일정량을 도입하여 얻어지는 크로마토그램상의 피이크높이 또는 피이크면적으로부터 표준선에 의하여 테트라클로로에틸렌 량(μl/ml)을 구하고, 다음의 식에 의하여 시료공기 중의 테트라클로로에틸렌농도를 산출한다.

테트라클로로에틸렌농도 (ppm)

$$= \text{테트라클로로에틸렌 량} (\mu\text{g/ml}) \times g \times$$

$$\frac{24.46}{165.83} \times \frac{1}{Q}$$

$$= \text{테트라클로로에틸렌 량} (\mu\text{g/ml}) \times 0.15 \times \frac{g}{Q}$$

g : 시료의 탈착에 사용한 이황화탄소의 액 량 (ml)

Q : 흡인시료공기량 (l)

바. 기 타

가) 표준액 및 시료액의 조제에는 국소배기장치를 이용하여 이황화탄소를 취급하도록 주의한다.

나) 시판의 활성탄관을 사용하면 25~100 ppm의 테트라클로로에틸렌증기에 대하여 흡인유량이 0.5~1 l/min 의 범위에서는 포집율에 차이가 없고, 100mg 충전층 (전층) 만으로 거의 100%의 회수율을 얻을 수 있다.

그러나, 고농도의 테트라클로로에틸렌 또는 공존성분이 함유된 시료공기일 경우는 별도로 50mg 충전층 (후층)에 대하여 테트라클로로에틸렌 량의 측정을 해 보는 것이 좋다.

* 유해물질의 측정방법 연구는 이번호로 마칩니다 *