

본 분석기법을 소개하고자 하는 목적은 유해인자별 작업환경측정 및 특수건강진단 시료 분석에 맞는 구체적인 분석결과를 제시함으로써 산업보건관련 유관기관에 실질적인 도움을 주고자 함입니다.

흡광광도법을 이용한 작업환경중 암모니아 분석법

대한산업보건협회 산업보건연구소
김소진, 이진세, 최호춘

1. 서 론

암모니아는 실온에서 무색의 가연성 기체이며, 공기보다 가볍고 강한 냄새를 지니고 있다. 특히 암모니아는 질소비료, 냉매, 무기약품, 염료의 산성중화제, 석유정유, 폭약 등을 다루거나 제조하는 작업장에서 널리 사용되고 있는데, 이는 눈, 호흡기 및 피부에 대한 심한 자극제이다.

독성은 인체의 경우, 약 100 ppm 농도에서 눈, 코, 목, 피부점막에 자극이 일어나기 시작하여 400 ppm 이상의 농도에 장시간 폭로되면 입술과 결막에 부종이 생기고 일시적인 불안정, 흉부압박감, 폐부종을 의미하는 포말형 가래, 청색증 등이 나타나고, 2,500~6,500 ppm 의 고농도에 노출된 경우에는 호흡곤란, 기관지경련, 흉통, 폐수종 등을 야기하여 사망에 이르기도 한다. 반면, 암모니아가 피부에 닿으면 1도 내지 2도 화상을 입고 광범위한 경우에는 치명적일 수도 있는데, 10,000 ppm의 증기는 피부를 약간 자극하지만, 30,000 ppm 이상의 농도에서는 피부를 찌르는 듯한 감각이 있고 수포형성을 일으키게 된다.

Spasovski 등(1971)은 암모니아의 인체내 허용농도로 혈중 40 mg%urea, 요중 160 mg%urea 를 천거한 바 있으며, 세계각지에서 암모니아 독성실험이 쥐(waters 등, 1985), 돼지(kelley 등, 1975)등의 동물들을 대상으로 행해져오고 있다. 현재 우리나라의 경우, 기준이 되는 허용농도는 작업환경중 농도로 TWA 18 mg/m³ (노동부, 1994)를 사용하고 있는 반면, 암모니아는 내성이 있기 때문에 저농도 만성폭로에 대한 장해는 아직까지 알려져있지 않다(표 1).

암모니아의 화학분석법으로는 암모늄이온으로 분석하는 이온 크로마토그래피 (OSHA) 및 적외선 가스분석계를 이용하는 방법 등이 있으나, 여기서는 흡광광도 분석법을 이용한 방법을 소개한다. 이는 분석용 시료용액에 페놀-니트로프루시드 나트륨 용액(phenol-sodium nitroprusside solution)과 차아염소산

나트륨용액(sodium hypochlorite solution)을 가해 생성되는 인도페놀류의 흡광도를 측정하여 암모니아를 정량하는 방법으로, 암모니아의 농도가 10 ppm 이하의 농도 분석에 적합하다.

표1. 암모니아의 일반적 성질 및 허용농도

동의어	암모니아 가스, 무수암모니아(anhydrous ammonia)	
물리적 성질	NH ₃ fw 17.03 d 0.5967 mp -77.7°C bp ₇₆₀ -33.35°C	
발생원	냉동, 석유 정유, 비료·질산·폭약·플라스틱 및 그밖의 화학물질 제조, 청사진 기계	
독성	각막자극, 호흡곤란, 기관지 경련, 흉통, 폐수종	
허용농도	한국 (노동부)	TWA : 25 ppm, 18 mg/m ³
	미국 (ACGIH)	TWA : 25 ppm, 17 mg/m ³
	미국 (NIOSH)	C 50 ppm/ 5 min
	미국 (OSHA)	STEL : 35 ppm

2. 실험방법

1) 기기 및 시약

사용된 흡광광도계는 Shimadzu사의 UV-2100 model이다. 사용된 시약은 모두 특급 시약으로 아래와 같이 제조하여 사용하였고, 순수한 물을 얻기 위하여 Barnstead의 NANO pure II system(비저항 17.9 M Ω cm)을 사용하였다.

- 흡수액 : 황산 1.4 ml를 증류수에 녹여 500 ml로 한다.
- 페놀-니트로프로시드 나트륨 용액 : 페놀(phenol) 2g과 니트로프로시드 나트륨(sodium nitroprusside) 0.01 g을 증류수에 녹여 200 ml로 한다.
- 차아염소산 나트륨 용액 : 차아염소산 나트륨 용액(sodium hypochlorite solution) 2.5 ml와 수산화나트륨(sodium hydroxide) 3 g을 증류수에 녹여 200 ml로 한다.
- 암모니아 표준액 : 황산암모늄(ammonium sulfate) 0.2950 g을 0.1 N H₂SO₄ 흡수액에 녹여 1 l로 하여 100 ppm 암모니아 표준액을 만든다. 이를 50 ml 메스플라스크에 1, 3, 5 ml씩 취하고 흡수액으로 표선까지 묻혀 2, 6, 10 ppm 암모니아 표준용액을 만든다.

2) 실험방법

- ① 분석용 시료용액과 암모니아 표준용액(2, 6, 10 ppm)을 2 ml씩 마개가 있는 시험관에 취한다.
- ② 페놀-니트로프루시드 나트륨용액 1.5 ml씩을 가하고 잘 흔들어준 후, 차아염소산 나트륨용액 1.5 ml씩을 가한 다음, 마개를 하고 조용히 흔들어 섞는다.
- ③ 항온조(25~30 °C)에서 40분 정도 방치한다(청색발광).
- ④ 640 nm 부근의 파장에서 흡광도를 측정한다.

3. 결과 및 고찰

분석 시료의 전처리 과정후, 흡광광도계로 450~800 nm 파장 범위의 spectrum을 관찰했을 때 그림 1과 같이 640 nm 부근의 파장에서 가장 민감한 최대의 흡광도값을 보임에 따라 이 파장에서의 분석이 적합함을 알수 있다.

그림 2는 발색액양에 따른 흡광도값의 영향을 보여준다. a는 분석시료 2 ml에 차아염소산 나트륨 용액을 2 ml로 고정시키고 페놀-니트로프루시드 나트륨 용액을 1, 1.5, 2, 2.5, 3 ml로 변화시켰을 경우의 결과를 나타내며, b는 반대로 페놀-니트로프루시드 나트륨 용액을 고정시키고 차아염소산 나트륨 용액의 양을 변화시킨 결과이다. 결과에 의하면, 분석용 시료 : 페놀-니트로프루시드 나트륨 용액 : 차아염소산 나트륨 용액 = 4 : 3 : 3의 부피비일때 가장 민감한 분석결과를 얻을 수 있고, 따라서 이 조건에서 분석 검출한계를 가장 낮출 수 있다.

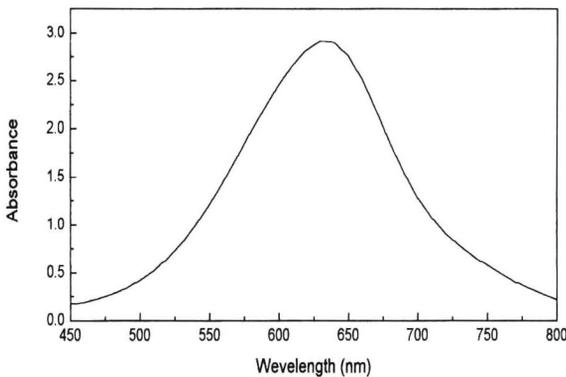


그림 1. 암모니아 spectrum

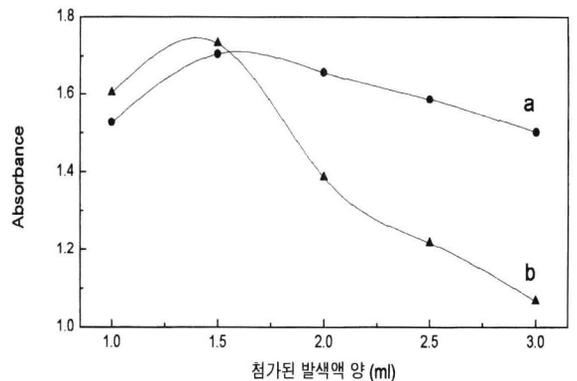


그림 2. 발색액 양에 따른 흡광도의 영향

- a. 시료 2ml+차아염소산나트륨2ml+페놀-니트로프루시드나트륨양변화
- b. 시료 2ml+페놀-니트로프루시드나트륨2ml+차아염소산나트륨양변화

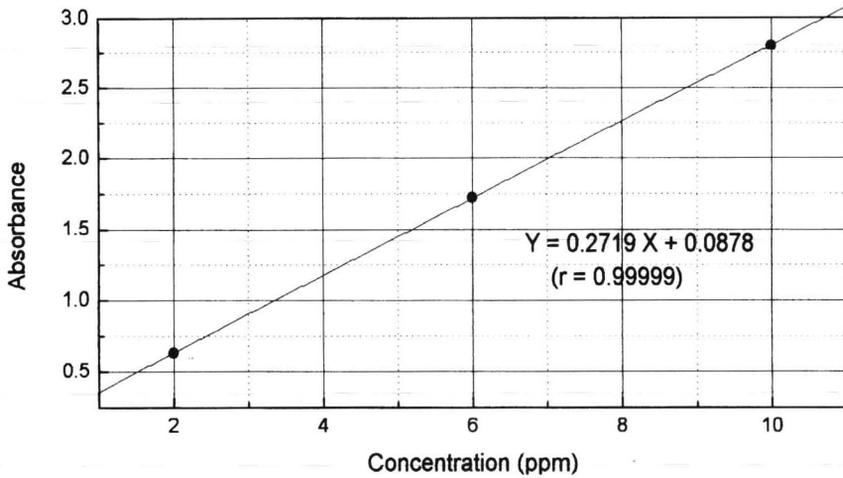


그림 3. 암모니아 표준용액 검량선

본 내용에서 제시한 방법으로 분석을 했을때, 표준용액의 농도에 따른 흡광도값은 표 2와 같고, 검량선은 그림 3과 같이 나타난다. 이때 검량선의 방정식은 $Y = 0.2719 X + 0.0878$ 이고, 상관계수는 0.99999이다. 표 2에서는 표준용액의 흡광도값 외에 몇개의 시료용액의 분석결과를 제시하는데, 단위환산은 식 (1)에 의하며 이에 따른 D 음료회사 냉동기실의 암모니아 분석결과는 0.0542 mg/m^3 으로 허용치에 훨씬 못 미치는 농도이다. 만일, 분석하고자하는 시료의 농도가 10 ppm 을 넘을 경우는 이 시료를 희석하여 분석할 수 있다.

$$\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \frac{\text{흡수액량}(ml)}{\text{유량}(l)} \quad (1)$$

표2. 암모니아 표준용액 및 시료용액의 농도에 따른 흡광도값

NO.	흡광도 ± SD, n=3	농도(ppm)	농도(mg/m^3)
Standard 1	0.629 ± 0.007	2	
2	1.724 ± 0.005	6	
3	2.804 ± 0.015	10	
D음료(냉동기실)	0.543	1.674	0.0542
S정밀화학(요소참고)	2.493	8.848	0.2765
D냉동(기계실)	0.569	1.769	0.0737

표 3과 표 4에서는 본 실험방법의 검출한계값과 안정성을 보여준다. 검출한계는 0.055 ppm 이며, 시료의 전처리후 시간 경과에 따른 흡광도값의 안정성은 표 4와 같이 60분이 경과하기까지는 95 % 이상의 재현성을 보임에 따라 본 방법에 의한 암모니아 분석의 경우 한시간 정도는 안정한 조건에서 분석을 행할 수 있다.

표3. 암모니아 분석검출한계

측정횟수	농도 (ppm)	흡광도(Abs)
1	6	1.728
2	6	1.727
3	6	1.717
Mean ± SD		1.724 ± 0.005
Standard calibraton curve		Y= 0.2719X + 0.0878 (r=0.9999)
LOD*		0.055

* LOD=3S/b (S:standard deviation, b:slope, AIHA, 1988)

표4. 시료의 전처리후 시간 경과에 따른 흡광도값의 안정성

시간(분)	0	10	20	30	45	60	90	120
흡광도(Abs)	1.398	1.379	1.368	1.362	1.344	1.341	1.323	1.305
Recovery(%)	100	98.6	97.9	97.4	96.1	95.9	94.6	93.3

4. 결론

작업환경중 유해물질의 분석은 일반적으로 극미량의 성분을 검출, 측정하는 것이므로 고감도 기능이 요구되며, 시료조건 및 분석조건을 잘 선택해야 된다.

흡광광도 분석법에 의한 암모니아 분석의 경우 분석용 시료 : 페놀-니트로프루시드 나트륨 용액 : 차아염소산 나트륨 용액 = 4 : 3 : 3 의 부피비일때, 가장 민감한 농도에 따른 흡광도의 차이를 보인다. 이 조건에서 검량곡선의 방정식은 $Y = 0.2719 X + 0.0878$ 이고, 상관계수는 0.99999 이다. 이때 검출한계는 0.055 ppm 정도이며, 전처리후 시료의 안정성은 약 한시간 정도이다.

5. 참고문헌

1. 정규철. 산업중독편람. 신광출판사. 1995.
2. 노동부. 특수건강진단방법 및 건강관리기준. 1994. 314-316
3. Spasovski, M.; I. Benev. Trudove na Naucnoizsledovateljskija Institut po ohrana na truda iprofessionalni zaboljavanija, Vol. 20, NO. 1, p227-233
4. Kapeghian, J. C.; A. B. Jones; I. W. Waters. Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology, Vol. 35, No. 1, p15-22
5. Curtis, S. E.; C. R. Anderson et al. Journal of Animal Science, Vol. 41, No. 3, p735-739
6. NIOSH manual of Analytical Methods, 4th Ed., Vol.2, 1994.
7. 대기오염공정시험방법. 동화기술. 1996.
8. AIHA. Quality assurance manual for industrial hygiene chemistry 1988.
9. OSHA analytical Methods manual. 2th Ed, Vol 2, 1991

절망적이라구요?

어느날 회사일을 마치고 차를 몰고 집으로 돌아가던 중에 나는 집 근처 공원에 잠시 차를 세웠다. 그곳에서 벌어지고 있는 동네 꼬마들의 야구경기를 구경하기 위해서였다. 1루 쪽 벤치에 앉으면서 나는 1루 수비를 보고 있는 아이에게 점수가 어떻게 되느냐고 소리쳐 물었다. 아이는 웃으면서 말했다. “우리가 14대 0으로 지고 있어요.” 내가 말했다. “그래? 그런데 넌 그다지 절망적이지 않아 보이는구나.” 그러자 아이가 깜짝 놀란 표정을 하고 내게 말했다. “절망적이라구요? 왜 우리가 절망적이어야 하죠? 우린 아직 한 번도 공격을 하지 않았는데요.”

