豫 防 醫 學 會 誌 : 第16卷 · 第1號
Korean J. of Preventive Medicine
Vol. 16, No. 1, October, 1983

Charcoal Tube에 依한 作業環境中 Toluene 含量에 關한 硏究

慶熙大學校 醫科大學 豫防醫學敎室

金 亨 錫 · 具 燾 書 · 朴 良 元

國立勞動科學硏究所

李 政 煥

=**Abstract**=

Toluene Determination in Workplace by Charcoal Tube Method

Hyung-Suk Kim, Do Suh Koo, Yang Won Park

Dept. of Prev. Med., School of Medicine, Kyung Hee University

Jeong Whan Lee

National Institute of Labour Science, Ministry of Labor

In the determination of organic solvents in workplaces direct reading tube method have been used in Korea for decades. But this method is less accurate and couldn't measure TWA (Time Weighted Average) for 8 hours. Authors tried to detect Toluene concentration in S factory by using charcoal tube according to NIOSH method. The concentration was 158.8 ppm. We propose this charcoal tube method should be substituted to get accurate results and to protect employee in workplaces related with solvents.

Ⅰ. 緖 論

商品을 製造하는 工場에있어서 製品을 包裝하는 포장지 인쇄공정에 使用되는 有機溶劑가 勤勞者의 健康에 害롭다는 것은 잘 알고 있는 事實이다. 이러한 工程에서 흔히 使用되는 溶劑로서는 benzene, toluene, xylene, MIBK (methyl isobutyl ketone) 等으로 benzene은 TWA가 10ppm이고 MIBK는 50ppm인데 toluene과 xylene은 TWA가 100ppm으로 比較的 有害性이 benzene에 比較하여 적기때문에 産業場에서는 toluene을 많이 利用하는 實情이다.

作業環境中 有機溶劑를 測定함에 있어서 우리나라에서는 檢知管을 利用하여 測定時 作業場內 순간농도만을 檢出하게 되므로 機械修理나 休息時間에는 실제 작업시 농도와 많은 차이가 생겨서 하루 8時間 1週 40時間을 기준으로 하는 TWA (Time Weighted Average)와 많은 差異가 생기게 된다.

美國 NIOSH에서는 檢知管法이아닌 Charcoal Tube法을 기준으로 하여 하루 4~8時間동안 試料를 採取하여 이를 實驗室에서 Gas Chromatograph를 利用하여 有機溶劑를 測定한다.

著者들은 S工場의 인쇄부에서 有機溶劑를 測定함에 있어 美國 NIOSH 方法에 따라 Toluene을 測定하여 그 結果를 發表하는 바이다.

Ⅱ. 實 驗 方 法

1) 器 具

① Personal Sampling Pump: SKC (PA, U·S.A) 社製品인 Model 222 Sampler를 사용하였다.

② Charcoal Tube : 美國 MDA (Park Ridge, IL)

社製品으로 앞부분에 100mg의 Charcoal과 뒷부분에 50mg의 charcoal이 들어있는 Tube를 사용하였다.

③ Gas Chromatography : 美國 Varian社製品인 Vista 4600을 사용하였고 GC의 조건은 다음과 같다.

Column: 3% OV-17 on Chromosorb W-HP, 80/100, 2m glass column

Column Temperature: 70°C 1 min, 10°c/min increasing to 155°C

Injector Temperature: 200°C

Detector Temperature: 265°C, FID

Carrier Gas: N_2, 30ml/min

H_2: 65ml/min

Air: 500ml/min

④ 2ml 試料병 : 美國 Suppelco社製品

⑤ Microliter Syringe: 美國 Hamilton社製 10μl syringe를 사용하였다.

⑥ Volumetric Flask: 국산 10ml flask로서 표준액 조제시 사용하였다.

2) 試 藥

① CS_2: chromatograph用인 미국 Burdick & Jackson Lab社製品

② Toluene: 上同

③ Hexane: 上同

④ N_2gas: 99.9% N_2

② H_2: 미국 General Eleclric社製인 H_2 generator를 사용하였다.

⑥ Air; air compressor를 사용하였음

3) 試料採取

Toluene을 溶劑로 使用하는 作業場에서 SKC Personal Air Sampler로서 流速이 50ml/min 되게 조절한 후 charcoal tube를 연결하여 4時間동안 試料空氣를 채취하였다. 이때 공기채취량은 12 l이다.

4) 有機溶劑의 溶出

charcoal tube의 앞 100mg과 뒷부분 50mg을 各各 2ml 試料병에 넣은후 CS_2 1ml를 加하고 30分間 흔들어 charcoal에 吸着된 有機溶劑를 CS_2에 溶出시킨다.

5) 試料測定

표준물질인 Toluene과 試料液 一定量을(1μl) Gas Chromatograph에 injection하여 出現하는 peak를 Varian社製인 Vista 401 data system으로 定量하였다.

6) 溶出効率에 대한 實驗(Desorption Efficiency)

실험에 사용되는 Charcoal 100mg에 Toluene 563.6 $\mu g/\mu l$이 들어 있는 Hexane 용액을 注入한 후 마개를 하고 12時間 經過시킨다. 한편 OSHA standard에 해당하는 량의 ×0.5, ×1.0, ×2.0의 Toluene量을 위와 같이 charcoal 10mg에 注入하여 위와같이 실험한다.

$$\text{D.E. (Desorption Efficiency)} = \frac{\text{回數量(mg)}}{\text{注入量(mg)}}$$

Ⅲ. 實驗結果 및 考察

1. 試料採取

SKC社製品인 Personal Air Sampler로서 50ml/min의 速度로 4時間동안 試料를 채취하였다. 이때 시취한 시료량은 다음과 같다.

$$\text{공기채취량}(l) = \frac{(\text{공기채취전숫자} - \text{채취후숫자}) \times \text{역가}}{1,000}$$

$$= \frac{(079665 - 056136) \times 0.503}{1,000} = 11.8\,(l)$$

이때 Pump Factor(역가)는 Sampler에 表示되어 있다. 그런데 실제 産業場에서 試料를 채취할때는 다음과 같은 2가지 경우를 考慮하여야 한다.

① 평균폭로치(Average Exposure Value)

有機溶劑가 低濃度이고 時間別로 농도가 다를경우에 適當한 方法으로 Sampler의 流速을 50ml/min로 하여 4時間동안 試料를 채취하는 方法이다. 이때 식료채취량은 12 l 정도이다.

② 최대폭로치(Peak Exposure Value)

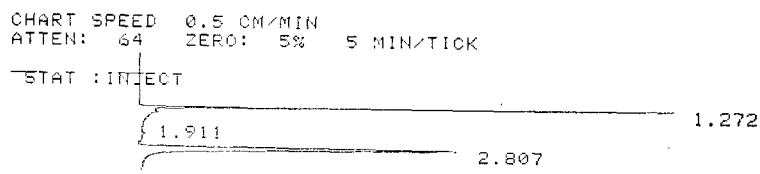
有機溶劑量이 高濃度인 경우로서 10分間 200ml/min의 流速으로 ①의 경우와 같이 실시한다.

2. 試料處理

charcoal tube의 100mg의 charcoal과 50mg의 charcoal을 各各 2ml vial에 넣고 CS_2 1ml를 정확히 加하여 30分동안 교반하면서 吸着된 Toluene을 CS_2로 溶出시킨 다음 Gas Chrmatograph로 測定한 結果 Fig 1과 같은 chromatogram을 얻었다.

3. 溶出効率

charcoal에 吸着된 有機溶劑가 모두 溶出되었는지를 알아보기 위하여 NIOSH方法인 Toluene 563.6$\mu g/\mu l$가 Hexane에 녹아 있도록 조제한 후 試料採取量인 12l에 해당되는 6.76μg 및 이 量의 $\frac{1}{2}$과 2培의 量을 本實驗에 사용하는 같은 charcoal 100mg에 注入하여 吸着시킨다. 12時間 經過시킨 후 試料와 같은 方法으로 CS_2 1ml에 溶出시킨 후 Gas Chromatograph로 測定하였

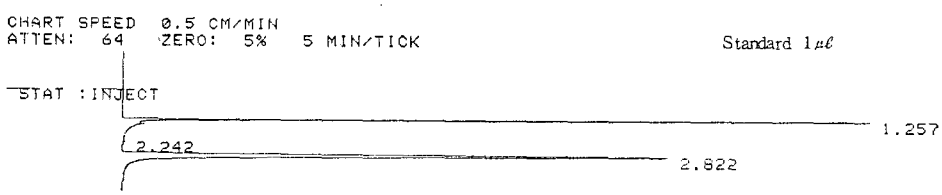


Sample 1μℓ

TITLE : ORG. VAPOR 10 : 56 20 AUG 83.
CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUEME METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		28.2747	1.257	138688	BV
2		0.2379	1.450	1167	T
3		0.1207	2.242	592	T
4		71.3667	2.822	350055	BB
TOTALS :		100.0000		490502	

MULTIPLIER : 1.00000



Standard 1μℓ

TITLE : ORG. VAPOR 11 : 02 20 AUG 83
CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		32.6536	1.272	90057	BV
2		0.6679	1.440	1842	T
3		0.4761	2.242	1313	T
4		66.2024	2.807	182583	BV
TOTALS :		100.0000		275795	

MULTIPLIER : 1.00000

Fig. 1. Chromatogram of Toluene Standard Solution and Smple

Table 1. Recovery Test of Desorption Effciency in Charcoal Tube by Toluene

μg Injected in Charcoal	Recovery	% Recovery
3.38μg	3.37±0.11	99.7%
6.76μg	6.43±0.08	95.1%
13.52μg	13.38±0.12	98.9%

더니 다음과 같은 結果를 얻었다.

즉 NIOSH 方法에 따른 563.6μg/μl의 ×0,5, ×1, ×2의 Toluene量을 charcoal에 注入하여 回收率을 보니 99.7%, 95.1% 및 98.9%의 높은 회수율을 보였다.

4. Toluene의 測定

試料를 Gas Chromatograph를 利用하여 얻은 peak의 area를 표준용액과 比較 다음 公式으로 測定하였다.

$$\text{Uuknown Amount} = \frac{\text{Area of Unknown} \times \text{Amount of Known}}{\text{Area of Known}}$$

$$\text{Toluene의 量}(\mu g) = \frac{182583 \times 13.52}{350055} = 7.05\,(\mu g)$$

$$\text{試料中 Toluene의 量}(mg/m^3) = \frac{7.05 \times 1,000\,(l)}{11.8\,(l)}$$

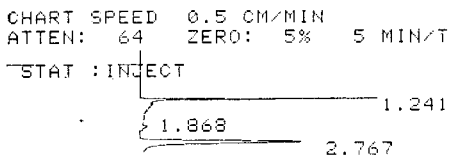
$$= 597.5\,(mg/m^3)$$

이를 ppm으로 換算하면

$$ppm = mg/m^3 \times \frac{24.45}{M.W.} \times \frac{760}{P} \times \frac{T+273}{298}$$

$$= 158.8\,(ppm)$$

Standard (1)



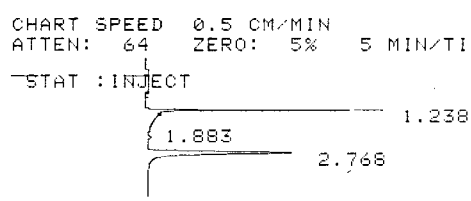
TITLE : ORG. VAPOR 9 : 54 20 AUG 83

CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		24.8504	1.241	32756	BV
2		10.0096	1.433	13194	VV
3		1.3254	1.868	1747	VV
4		2.2881	2.207	3016	VV
5		61.5266	2.767	81100	VV
TOTALS :		100.0000		131813	

MULTIPLIER : 1.00000

Sample (1)



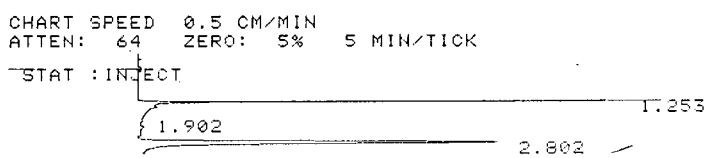
TITLE : ORG. VAPOR 9 : 59 20 AUG 83

CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		25.1298	1.238	33289	BV
2		10.8804	1.427	14413	VV
3		1.3143	1.883	1741	VV
4		1.6313	2.208	2161	VV
5		61.0442	2.768	80864	VB
TOTALS :		100.0000		132468	

MULTIPLIER : 1.00000

Standard (2)



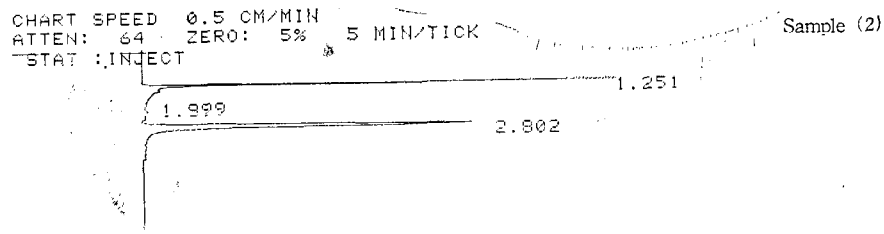
TITLE : ORG. VAPOR 10 : 31 20 AUG 83

CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		30.8614	1.253	86094	BV
2		0.2796	1.449	780	T
3		0.5130	2.232	1431	T
4		68.3461	2.802	190665	BV
TOTALS :		100.0000		278970	

MULTIPLIER : 1.00000

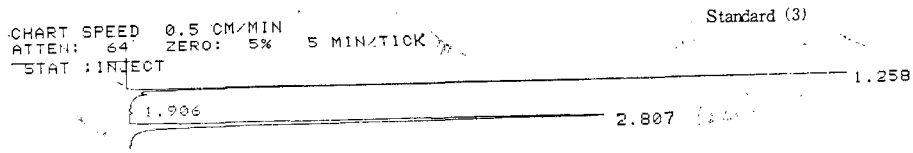
Fig. 2. Desorption Efficiency Test for Charcoal Tube



TITLE : ORG. VAPOR 10 : 35 20 AUG 83.
CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUEME METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		30.7070	1.251	81407	BV
2		0.2603	1.449	690	T
3		0.0404	1.899	107	T
4		0.5911	2.230	1567	T
5		68.4013	2.802	181338	BB
TOTALS :		100.0000		265109	

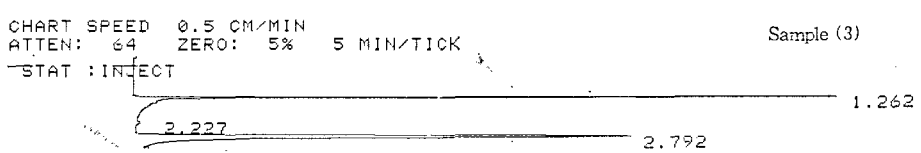
MULTIPLIER : 1.00000



TITLE : ORG. VAPOR 10 : 16 20 AUG 83
CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		28.9575	1.258	121454	BV
2		0.5491	1.449	2303	T
3		0.2770	2.233	1162	T
4		70.2164	2.807	294503	BB
TOTALS :		100.0000		419422	

MULTIPLIER : 1.00000



TITLE : ORG. VAPOR 10 : 21 20 AUG 83
CHANNEL NO : 2 SAMPLE : TOLUENE METHOD : TOLUENE

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT PPM	TIME (MIN)	AREA COUNTS	SEP CODE
1		30.7114	1.262	130218	BV
2		0.1250	1.437	530	T
3		0.4149	2.227	1759	T
4		68.7488	2.792	291499	BV
TOTALS :		100.0000		424006	

MULTIPLIER : 1.00000

Fig. 2. Desorption Efficiency Test for Charcoal Tube

Ⅳ. 結　　論

지금까지 産業場內 有機溶劑를 測定함에 있어서는 檢知管을 利用하였으나 이 方法은 측정당시의 濃度만을 알 수 있으며 正確度도 낮다. 그러나 미국에서 실시하는 NIOSH 方法은 charcoal을 利用하여 4時間~8時間동안 試料를채취하므로 8時間의 근무시간동안 有機溶劑 濃度를 TWA로 表現하며 Gas Chromatogiaph로 分析하므로 測定結果가 正確하다. 著者들이 S工場을 對象으로 측정한 Toluene의 농도는 158.8ppm이었다.

References

1. NIOSH Manual of Analytical Method : *2nd Edition, Vol.* 3, *U.S. Dept. of Health, Education and Welfare, Public Health Service Center for Disease Control, NIOSH, Cincinnati, Ohio, April* 1977.
2. Richard S. Brief et al : *Benzen in the Workplace. J. Amer. Industrial Hygiene Association, Vol.* 41, *No.* 9, 1980.
3. White, L.D. et al : *A Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere. Amer. Industrial Hygiene Association.*, 31 : 225, 1970,
4. Final Report, NIOSH Contract HSM-99-71-31: *Personal Sampler Pump for Charcoal Tubes, September* 15, 1972.