

## 작업환경관리

### 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 보고한 바 있는 유해물질의 표준 실험방법을 소개하고자 한다.

● 편집 실

# 1.2- 디클로르에탄

(1,2-Dichloroethane)

## 1. 일반적인 성질

동 의 어	Ethylene dichloride, ECD, Brocide, Dutch oil, Ethylene chloride								
분 자 식	CH <sub>2</sub> Cl CH <sub>2</sub> Cl								
용 도	염화비닐제조의 중간체, 도료용제, 세척용, 추출용, 가솔린, 고무플라스틱								
성 상	색	깔	무	색					
	분	자	량	98.96					
	비	중	1.25						
	빙	점	-35.5 °C (-32 °F)						
	끓	는	점	83.5 °C (183 °F)					
	인	화	점	13 °C (55 °F)	-Closed cup				
	발	화	점	413 °C					
	증	기	밀도	3.4					
	증	기	압	mmHg	20	40	82	100	200
				°C	-2.4	10	25	39.4	45.7
	상	대	적	기	체	비	중	1.26 (air : 1)	
	용	해	도	알코올, 에테르, 클로로포름에 용해					

권 고 허 용 농 도	OSHA		100 ppm ( 405 mg / ml )
	ACGIH	TWA	50 ppm ( 200 mg / ml ) 10 ppm ( 40 mg / ml )
		STEL	75 ppm ( 300 mg / ml ) 15 ppm ( 60 mg / ml )
	한 국	TWA	50 ppm ( 200 mg / ml )
	STEL	75 ppm ( 300 mg / ml )	
위 험 및 유 해 성	가. 인화성 및 폭발성 <ul style="list-style-type: none"> <li>○ 폭발범위 : 6.2 ~ 16 %</li> <li>○ 휘발성이 있어 실온에서 쉽게 인화한다.</li> <li>○ 단, 증기는 공기보다 무거워서 낮은 곳으로 체류하여 폭발성 혼합가스를 만든다.</li> </ul> 나. 인체에 미치는 영향 <ul style="list-style-type: none"> <li>○ 액이 피부 점막에 반복적으로 묻으면 피부염, 결막염을 초래한다.</li> <li>○ 증기로 호흡기에 자극을 주며 신경증, 혼수상태, 복부경련 및 간장과 신장에 손상을 준다.</li> </ul>		

## 2. 시료포집방법

### 1) 액체포집방법

미젯임핀저 또는 버블러에 흡수액 10.0 ml를 넣고, 이것을 빙수중에 고정시켜서 1 l/min 전후의 일정유량으로 시료공기를 흡인한다. 시료를 포집한 액은 실온으로 되돌린 후, 농도가 균일하게 되도록 섞어서 시료액으로 한다.

### 2) 고체포집방법

① 실리카겔은 시료포집용 기구를 사용하여 약 0.5 l/min의 유량으로 시료공기를 흡인한다.

이 경우, 시료포집시간은 정확히 측정하고, 흡인 시료공기량을 기록해 둔다.

② 활성탄관은 양끝을 커터로 잘라내고, 활성탄부분의 짧은 부분(50 mg)이 흡인측이 되도록 고무관 또는 수지관을 사용해서, 흡인펌프에 접속하여 0.5 ~ 1 l/min의 일정유량으로 시료공기를 흡인한다.

이 경우 시료포집시간은 정확히 측정하고, 흡인 시료공기량을 기록해 둔다.

## 3. 분석방법

### 1) 흡광광도분석법

가. 원 리

환기중의 1,2-디클로로에탄을 피리딘에 포집해서 수산화칼륨을 가하여 가열·반응시킨후, 피리딘용액을 산성으로 해서, P-톨루이딘으로 발색시켜서 얻어지는 착색액의 흡광도를 측정하여 1,2-디클로르에탄을 정량한다.

나. 기 구

가) 시료포집용 기구

포집용기(미젯임핀저 또는 버블러)에 흡수액 1.0 ml를 넣고 이것을 빙수중에 고정시켜서 시료공기를 흡인할 수 있도록 한다. 공기의 흡인에는 1 l/min 전후의 일정유량으로 작동할 수 있는 흡인펌프를 사용하고 이것과 포집용기를 접속하는 고무관의 도중에 제거관(활성탄층)을 삽입하여 흡수액을 통과하는 공기중에 함유되는 피리딘증기가 흡인펌프내에 흡인되지 않도록 해 둔다.

제거관에는 내경 약 2 cm, 길이 약 10cm의 원통에 입상활성탄을 채워서 사용하면 되나, 통기저항을 현저히 증대시키지 않도록 주의할 필요가 있다.

나) 가열용기구

내경 약 1.5 cm의 공전시험관에 액체 6 ml를 넣고, 공전시험관을 끓는 물 속에 고정시켜서 일정시간 가열할 수 있도록 한다.

가열용의 중탕납비는 온도를 98 °C 이상으로 유지할 수 있는 것이 필요하다.

다) 기 기

분광광도계

다. 시 약

가) 흡수액

피리딘 : 증류수 = 7:1

나) 수산화칼륨용액

수산화칼륨 80 g을 증류수에 녹여서 발열한 액을 실온으로 되돌린 후, 증류수로 100 ml로 만든다.

다) P - 톨루이딘 용액

P - 톨루이딘 3 g을 의산 (85%)에 녹여서 100 ml로 만든다. 이 용액은 냉암소에 보관하고, 보존중에 착색된 것은 사용하지 않는다.

라) 표준액

메스플라스크 (100 ml)에 에탄올 약 80 ml를 넣어두고, 1,2-디클로로에탄 (비등점 83.5 °C, 비중 1.253) 1.0 ml를 가해서 섞은 후 에탄올로 100 ml로 만든다. 그 1.61 ml를 다른 메스플라스크 (100 ml)에 넣고, 흡수액으로 100 ml로 제조하여 표준액으로 한다.

(사용시 조제)

표준액 1 ml = 1.2 - 디클로로에탄 202 μg

1.2 - 디클로로에탄증기 50 μl

라. 분석과정

가) 시료분석

① 시료액 5.0 ml를 내경 약 1.5 cm의 공전시험관에 넣는다.

② 수산화칼륨용액 1 ml를 가하여 약 30 초동안 흔들어서 3 ~ 5 분간 정치한다.

③ 물중탕속에 넣어서 98 °C 이상에서 10 분간 가열하고, 냉각하여 실온으로 되돌린다.

④ 상층의 피리딘용액 4.0 ml를 다른 공전시험관에 넣는다. (액은 1,2-디클로로에탄에 의해서 황색을 띤다)

⑤ 분리 · 포집한 피리딘용액에 P - 톨루이딘용액 0.5 ml를 가해서 흔들어 섞는다.

⑥ 실온에서 30 분간 방치한 후 (액은 1,2-디클로로에탄에 의하여 등적색으로 된다)

⑦ 10 mm셀을 사용해서 블랭크를 대조로 하여 500 nm 파장 부근에서의 흡광도를 측정한다.

⑧ 표준선에 의하여 1.2 - 디클로로에탄량을 구한다.

⑨ 착색액의 흡광도는 P - 톨루이딘 첨가후 30 분에서 3 시간까지는 변화하지 않는다.

나) 표준선 작성

① 내경 약 1.5 cm의 공전시험관에 표준액 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 ml를 넣고, 흡수액을 가하여 각각의 액량을 5.0 ml로 조제한 후 가)의 분석방법으로 실시한다.

② 이 계열은 1.2 - 디클로로에탄증기 0, 25, 100, 150, 200 μl에 해당하며, 0을 대조로해서 측정한 흡광도에 의하여 표준선을 작성한다.

③ 발색액에 대한 1.2 - 디클로로에탄량은 0, 20, 40, 80, 120, 160 μg / ml가 된다.

마. 농도계산

정량에 사용한 시료액 5 ml중의 1,2-디클로로에탄증기량으로부터 다음의 식에 의하여 기중농도를 산출한다.

1.2 - 디클로로에탄 농도 (ppm)

$$= 1.2 - \text{디클로로에탄증기량} (\mu\ell) \times \frac{10}{5} \times \frac{1}{Q}$$

$$= \frac{1.2 - \text{디클로로에탄증기량} (\mu\ell) \times 2}{Q}$$

또 발색액중의 1.2 -디클로로에탄량으로부터 기중농도를 산출하는 데는 다음의 식을 사용한다.

1.2 - 디클로로에탄농도 (ppm)

$$= 1.2 - \text{디클로로에탄량} (\mu g / ml) \times q$$

$$\times \frac{24.46}{98.96} \times \frac{1}{Q}$$

$$= 1.2 - \text{디클로로에탄량} (\mu g / ml) \times 0.25$$

$$\times \frac{q}{Q}$$

q : 시료액 전량을 사용하여 분석했을 때의 액량 (ml)

Q : 흡인시료공기량 (ℓ)

바. 기 타

가) 시료분석에 따르면, 1.2 - 디클로로에탄이외에 클로로포름, 사염화탄소, 1.1.2.2 - 테트라클로로에탄, 1.1.1 - 트리클로로에탄, 트리클로로에틸렌등이 발색반응을 나타낸다.

그러나 1.1 - 디클로로에탄, 디클로로에틸렌 (cis- 및 trans-), 테트라클로로에틸렌등은 발색하지 않는다.

나) 본 실험방법에서는 특히 피리딘 중의 불순물에 의하여 블랭크의 착색이 확대하고, 이것에 의하여 정량상의 방해가 받기 쉽다.

미리 피리딘 5 ml에 대하여 블랭크 테스트를 해서 증류수를 대조로 하여 측정한 블랭크의 흡광도가 0.03이하에 머무는 피리딘을 선정하는 것이 좋다.

다) 이 시료액분석에서는 표준선이 직선이 되지 않기 때문에 표준계열의 농도단계를 많이 사용하는 것이 바람직하다.

## 2) 가스크로마토그래프분석법 (활성탄관에 의한 포집)

가. 원리

환기중의 1.2 - 디클로로에탄을 활성탄관에 포

집하여 이황화탄소로 탈착하여 시료액으로 한 후, 그 일정량을 가스크로마토그래프에 주입하여 정량한다.

나. 기 구

가) 흡인펌프 : 유속 1 ℓ / min

나) 활성탄관

다) 가스크로마토그래프 분석장치

① 검출기 : FID

② 컬럼 : 10 ft × 1/8 inch 스테인레스 스틸

크로모솔브 W-AW 80/100 메시에 10% FFAP로 패킹한 것

③ 적분기

라) 가스크로마토그래프 조건

① 캐리어 가스 (질소) 30 ml / min (60 psig)

② 검출용 가스 (수소) 35 ml / min (25 psig)

③ 검출용 가스 (공기) 400 ml / min (60 psig)

④ 주입부온도 225 °C

⑤ 검출부온도 250 °C

⑥ 컬럼항온도 70 °C

마) 마이크로리터 실린지

바) 피펫

사) 2 ml 시료병

다. 시 약

가) 이황화탄소

나) 1.2 - 디클로로에탄

다) 옥탄

라) 질소

마) 수소

바) 공기

라. 분석과정

가) 시료의 분석

① 활성탄관의 글라스울을 제거하고 각각의 용기에 활성탄을 넣고, 뚜껑을 덮고, 독립적으로 분석한다.

② 1.0 ml 이 황화탄소를 첨가하고, 30 분동안 탈착시킨다.

나) 시료의 주입

① 분석의 중요한 단계로 가스크로마토그래프속으로 시료액을 주입시키는 것이다. 주입할때, 역류와 증발을 방지하기 위하여 용매를 순간적으로 주입시키는 기술이 필요하다.

② 10 μℓ - 실린지를 시료액으로 여러번 세척한 후 가스크로마토그래프에 주입한다.

다) 표준선 작성

① 활성탄 100 mg에 1,2- 디클로로에탄을 2, 4, 6, 8 μℓ 를 넣고 이황화탄소 1 ml를 첨가한다.

② 30 분간 탈착하여 가스크로마토그래프에 주입한다.

마. 농도계산

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

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

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

$mg_{\text{블랭크}}$  = 블랭크에서 얻은 량 (mg)

제 2 단계에서도 동일하게 산출

나) 총량 = 제 1 단계에서 얻은 량 + 제 2 단계에서 얻은 량

다) 1,2 - 디클로로에탄의 농도 (mg/ml)

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

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

P = 시료포집할때 대기압 (mm Hg)

T = 시료포집할때 온도 (°C)

24.45 = 25 °C, 760 mm Hg, 몰부피 (ℓ / mole)

M.W = 분자량

760 = 표준압

298 = 표준온도 (°K)

바. 기 타

26 °C 760.4 mmHg 에서 시료공기를 3 ℓ 포집하여 시료농도가 41 ~ 1,215 mg/ml 범위일때 이 방법은 유효하다.

이 실험방법의 한계성은 활성탄관의 흡수능에 달려있다.

