

요중 카드뮴 정량법

특수건강진단의 직업병 검사효율을 증가시키기 위한
대책의 일환으로 '직업병 검진수기(- 사진에 의한 해설,
興生社出版部, 日本)'를 발췌하여 시리즈로 게재하는 것이다

< 김형아 >

요중 카드뮴 정량법(I)

I. 목적과 원리

Fume, 분진등의 형태로 체내에 흡수된 카드뮴은 간장, 신장등에 그 대부분이 축적되어 폭로를 중지해도 오랜 기간에 걸쳐 요중으로 배설된다. 요중 카드뮴량을 측정하는 것은 현재의 환경상태뿐아니라 과거의 폭로실태도 파악할 수 있게 해 준다.

카드뮴을 디시존클로로포름으로 추출하고, 2% 질산으로 역추출하여 원자흡광장치에 의해 카드뮴농도를 측정한다.

II. 기구·시약

1. 원자흡광분광광도계, Kjeldahl 플라스크(200 ml용량, Pyrex유리제품), Kjeldahl 플라스크 가열장치, 분액피펫, 마개있는 시험관, 피펫, 메

스실린더, 플라스크등

2. 황산, 질산, 과염소산(특급이상)

3. 포화수산암모늄용액

수산암모늄 약 8 g을 따뜻한 증류수 100 ml에 녹여 냉각시킨 후, 상등액을 사용한다.(수산암모늄의 결정굴절을 확인하고 사용한다).

4. 구연산암모니아용액

구연산 약 50 g을 가능한 한 소량의 물에 녹여, 암모니아수로 알칼리성(pH 11 이상)으로 하고 증류수로 100 ml되게 한다. 약 20 mg/ℓ 디시존클로로포름 5 ml를 가해 흔들어 준다. 클로로포름층을 버리고, 새 클로로포름 5 ml를 가해 흔들고 분리한 후 버린다. 물층을 여과해서 사용한다.

5. 지시약 티몰블루용액

40 mg의 티몰블루를 녹기 쉽도록 유리기구에 갈아 소량의 에틸알코올에 녹여 여기에 증류수를 가해 100 ml가 되게 한다.

6. 암모니아수

7. 알카리시안용액

증류수 약 60 ml에 수산화나트륨 40 g 및 시안화칼륨 0.25 g을 녹여, 증류수로 100 ml가 되도록 한다. 구연산암모니아용액과 같이 디시존 클로로포름으로 금속을 제거하여 사용한다.

8. 20% 염산히드로크실아민용액

증류수 약 60 ml에 염산히드로크실아민 20 g을 녹여 암모니아수로 알카리성으로 하고, 디시존클로로포름으로 금속을 제거한 후, 증류수로 100 ml되게 한다.

9. 주석산칼륨나트륨(Rochelle 염)용액

주석산칼륨나트륨 25 g을 약 60 ml의 증류수에 녹이고, 암모니아수로 알카리성으로 하여, 디시존클로로포름으로 똑같이 금속을 제거하고, 증류수로 전량을 100 ml가 되게 한다.

10. 디시존클로로포름용액

1 l의 분액퍼널에 클로로포름 약 50 ml를 취하고, 디시존 약 100 mg을 녹인다. 여기에 약 0.2% 암모니아수 약 400 ml를 가해 잘 흔들고, 정치한다.

클로로포름층을 버리고 새로운 클로로포름 약 30 ml를 가해 세척한다. 클로로포름층이 녹색이 될 때까지 반복한다.

녹색이 되면, 약 50 ml의 클로로포름을 가하고, 물층을 염산으로 산성(pH 2)으로 하여 흔들어 주면 디시존은 클로로포름층으로 이동한다. 디시존클로로포름은 사용할 때 만드는 것이 좋다.

11. 2% 질산

12. 카드뮴 표준용액

금속 카드뮴 0.1 g을 10% 질산 50 ml에 녹이고, 가열하여 질소산화물을 제거한 후, 증류수

를 가해 녹여, 메스플라스크에 취해 100 ml되게 한다. 이원액 10 ml를 메스플라스크에 취해 증류수를 가해서 1 l 되게 하면 10 µg/ml의 카드뮴용액이 된다.

III. 방법(시료의 채집 및 측정법)

채뇨때에는 손, 의복, 환경등으로부터의 카드뮴의 오염가능성을 주의한다. 한번 채뇨한 것(Spot Sample)은 카드뮴농도의 변동이 있으므로, 8시간 또는 24시간 요가 바람직하다. 전요량을 측정한다.

요 100 ml를 Kjeldahl 플라스크에 취하고, 황산 2 ml, 질산 20 ml를 가하여 서서히 가열한다. 약 20 ml로 농축시켜, 유기물이 분해된 후, 가열을 중지하고 냉각한다. 과염소산 2 ml를 가하고 가열한다. 용액이 무색 내지 미황색이 되면 분해는 끝난다. 통상적으로 2~3 ml가 된다. 흑색이 되면, 여기에 질산을 가하고 가열을 반복한다.

냉각후, 포화수산암모늄용액 3 ml를 가하고 흰 연기가 나올 때까지 가열한다.

증류수로 씻으면서 시료용액을 분액퍼널에 옮긴다. 구연산암모니아 용액 5 ml를 가한다. 티몰블루 용액을 5~6방울 가하고, 암모니아수로 알카리성으로 한다.

알카리시안용액을 5 ml 가한다.

20% 염산히드로크실아민 1 ml를 가한다.

주석산칼륨나트륨용액 1 ml를 가한다.

5 ml의 디시존클로로포름으로 2회 추출한다. 카드뮴이 다 추출될 때까지, 즉, 물층에 디시존이 완전히 녹아들 때까지 반복한다.

클로로포름층을 다른 분액퍼널에 취해 증류수로 세척하고 클로로포름층을 마개있는 시험관에 분리하여 2% 질산 10.0 ml를 가해 세계 혼든다. 질산용액중의 카드뮴 농도를 원자흡광분광광도계로 측정한다.

원자흡광장치의 측정조건은 기종에 따라 다르지만 대개는 아래와 같다.

파장	2,280 Å
램프전류	8mA
아세틸렌유속	3.0 ℓ/min
공기유속	13.0 ℓ/min

표준용액을 써서, 구연산암모니아용액을 가한 조작이 후의 방법에 의해 추출하여 검량곡선을 작성한다.

IV. 판 정

정상인의 요중 카드뮴량은 $10 \mu\text{g}/\ell$ 이하가 된다. $50 \mu\text{g}/\ell$ 이상을 이상흡수로 하고 있다.

V. 주의사항

1. 유리기구, 채뇨기구등은 묽은 질산으로 세척하고 증류수로 충분히 씻는다.
2. 화학분석의 상식상, 일반적인 얘기지만, 조작연습을 반복하여 같은 시료를 쓰든가 또는 회수실험을 하여 항상 안정된 값이 되도록 하는 마음이 필요하다.
3. 가능하면 더블체크(double-check)를 행한다.

요중 카드뮴의 정량법(II)

I. 원 리

카드뮴을 암모늄피로리딘디티오카바메이트·메틸이소부틸케톤(APDC·MIBK) 또는 디에틸디티오카바민산나트륨·메틸이소부틸케톤(Na-DD-TC·MIBK)으로 추출하여, 원자흡광분광광도계로 카드뮴의 농도를 측정한다.

II. 기구·시약

- 1) 원자흡광분광광도계
- 2) Kjeldahl 플라스크 및 가열장치
- 3) 마개있는 시험관
- 4) 피펫등 유리기구
- 5) 황산
- 6) 질산
- 7) 과염소산
- 8) 포화수산암모늄용액
- 9) 포화황산암모늄용액
- 10) 1% 암모늄피로리딘디티오카바메이트
- 11) 증류수포화메틸이소부틸케톤
- 12) 카드뮴 표준용액

시약은 카드뮴정량법(I)과 같다.

III. 측정방법

카드뮴 정량법(I)과 같이 한다.

회화가 끝난 산성 시료용액에 포화수산암모늄용액 3 ml를 넣고, 가열하여 흰색 연기가 나오면 냉각시켜, 증류수 5 ml를 가해 약 10분간 가온한다.

마개있는 시험관에 옮겨, 암모니아수로 pH 3.5~4 로 하고, 포화황산암모늄 10 ml를 가한다.

1% 암모늄피로리딘디티오카바메이트용액 5 ml를 가해 흔들어 혼합한다.

메틸이소부틸케톤 5.0 ml를 가해, 세게 흔들고 5분간 방치하여 분리한 후, 메틸이소부틸케톤층을 원자흡광장치에 넣어 흡광도를 측정한다.

IV. 주의사항

디에틸디티오카바민산나트륨을 사용할 경우는, 1% 수용액 5 ml를 써서 pH 3~9, 그외의 조작은 이미 기술한 것과 같이 한다.