

KOSHA GUIDE

A - 50 - 2018

# 유기주석에 대한 작업환경측정·분석 기술지침

2018. 11.

한국산업안전보건공단

## 안전보건기술지침의 개요

- 작성자 : 한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원 김갑배
- 개정자 : 한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원 직업환경연구실
  
- 제·개정 경과
  - 2012년 5월 산업위생분야 제정위원회 심의
  - 2015년 4월 산업위생분야 제정위원회 심의(개정, 법규개정조항 반영)
  - 2018년 10월 산업위생분야 제정위원회 심의(개정, 법규개정조항 반영)
  
- 관련규격 및 자료
  - National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH Manual of Analytical methods (NMAM®), 5th ed, [www.cdc.gov/niosh/nmam](http://www.cdc.gov/niosh/nmam)
  - Occupational Safety and Health Administration (U.S.A), Sampling and Analytical method, [www.osha.gov/dts/sltc/methods/index.html](http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/index.html)
  - Health and Safety Executive (U.K.), Methods for the Determination of Hazardous Substances (MDHS) guidance, [www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/](http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/)
  - American Conference of Governmental Industrial Hygienists(ACGIH): Documentation of the Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices, 7th Ed, 2018.
  
- 관련법규·규칙·고시 등
  - 산업안전보건법 시행규칙 제93조 (작업환경측정 대상 작업장 등)
  - 고용노동부 고시 제2017-27호 (작업환경측정 및 지정측정기관 평가 등에 관한 고시)
  - 고용노동부 고시 제2018-62호 (화학물질 및 물리적인자의 노출기준)
  
- 기술지침의 적용 및 문의
  - 이 기술지침에 대한 의견 또는 문의는 한국산업안전보건공단 홈페이지([www.kosha.or.kr](http://www.kosha.or.kr))의 안전보건기술지침 소관분야별 문의처 안내를 참고하시기 바랍니다.
  - 동 지침 내에서 인용된 관련규격 및 자료, 법규 등에 관하여 최근 개정본이 있을 경우에는 해당 개정본의 내용을 참고하시기 바랍니다.
  
- 공표일자 : 2018년 11월 27일
  
- 제 정 자 : 한국산업안전보건공단 이사장

# 유기주석에 대한 작업환경측정 · 분석 기술지침

## 1. 목 적

이 지침은 산업안전보건법 시행규칙 제93조(작업환경측정 대상 작업장 등)의 규정에 의거 작업환경측정 대상인자 중 유기주석에 대한 측정 및 분석을 수행할 때 정확도 및 정밀도를 유지하기 위하여 필요한 제반 사항에 대하여 규정함을 목적으로 한다.

## 2. 적용범위

이 지침의 적용대상은 산업안전보건법 시행규칙에서 정한 작업환경측정대상 유해인자 중 유기주석의 측정, 분석 및 이와 관련된 사항에 한한다.

## 3. 용어의 정의

(1) 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 다음의 각 호와 같다.

- (가) “밀폐”라 함은 취급 또는 보관상태에서 고형(固形)의 이물(異物)이 들어가지 않도록 한 상태를 말한다.
- (나) “밀봉”이라 함은 취급 또는 보관상태에서 기체 또는 미생물이 침입할 염려가 없는 상태를 말한다.
- (다) 중량을 “정확하게 단다.”라 함은 지시된 수치의 중량을 그 자릿수까지 단다는 것을 의미한다.
- (라) “약”이란 그 무게 또는 부피에 대하여  $\pm 10\%$  이상의 차가 있어서는 안 된다.
- (마) 시험조작 중 “즉시”라는 용어는 30초 이내에 표시된 조작을 하는 것을 말한다.
- (바) “검출한계”라 함은 주어진 분석절차에 따라 합리적인 확실성을 가지고 검출할 수 있는 가장 적은 농도나 양을 의미한다.
- (사) “정량한계”라 함은 주어진 신뢰수준에서 정량할 수 있는 분석대상물질의 가장 최소의 양으로, 단지 검출이 아니라 정밀도를 가지고 정량할 수 있는 가장 낮은 농도를 말한다. 일반적으로 검출한계의 3배 수준을 의미한다.
- (아) “회수율”이란 채취한 금속 등의 분석 값을 보정하는데 필요한 것으로, 시료채취 매체와 동일한 재질의 여과지에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 것을 말한다.

- (2) 그 밖에 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 이 기준에서 특별히 규정하는 경우를 제외하고는 산업안전보건법, 같은 법 시행령, 시행규칙, 산업안전보건기준에 관한 규칙 및 작업환경측정 및 지정측정기관 평가 등에 관한 고시(고용노동부고시 제 2017-27호)에서 정하는 바에 따른다.

#### 4. 일반사항

- (1) 이 시험법에 필요한 어원, 분자식 및 화학명 등은 특별한 언급이 없는 한 ( ) 내에 기재한다.
- (2) 원자량은 국제순수 및 응용화학협회(IUPAC)에서 제정한 원자량 표에 따른다. 분자량은 소수점 이하 제 2단위까지 하고 제 3단위에서 반올림한다.
- (3) 이 시험법에 규정한 방법이 분석 화학적으로 반드시 최고의 정밀도와 정확도를 갖는다고는 할 수 없으며, 이 시험방법 이외의 방법이라도 동등이상의 정확도와 정밀도가 있다고 인정될 때에는 그 방법을 사용할 수 있다.
- (4) 이 시험방법에 표시한 사항 중 탈착율, 검출한계 등은 각조의 조건으로 시험하였을 때 얻을 수 있는 값을 참고하도록 표시한 것이므로 실제로는 그 값이 분석조건에 따라 달라질 수 있다.
- (5) 시료의 시험, 바탕시험 및 표준액에 대한 일련의 동일시험을 행할 때 사용하는 시약 또는 시액은 동일 롯트(LOT)로 조제된 것을 사용한다.
- (6) 이 시험법에 사용하는 수치의 댁음법은 따로 규정이 없는 한 한국산업의 규격 KS Q 5002(데이터의 통계적 해석방법)에 따른다.
- (7) 이 시험법에 규정하지 않는 사항에 대해서는 일반적인 화학적 상식에 따르되, 이 시험법에 기재한 방법 중 세부조작은 시험의 본질에 영향을 미치지 않는 범위 내에서 시험자가 적당히 변경 조절할 수 있다.
- (8) 단위 및 기호 : 길이, 넓이, 부피, 농도, 압력 또는 무게를 나타내는 단위 및 기호는 아래 표에 따른다. 여기에 표시되어 있지 않은 단위는 KS A ISO 80000-1(양 및 단위-제1부: 일반사항)에 따른다.

종류	단위	기호	종류	단위	기호
길이	미터	m	농도	몰농도	M
	센티미터	cm		노르말농도	N
	밀리미터	mm		밀리그램/리터	mg/L
	마이크로미터	$\mu\text{m}$		마이크로그램/밀리리터	$\mu\text{g/mL}$
	나노미터	nm		퍼센트	%
압력	기압	atm	부피	세제곱미터	m <sup>3</sup>
	수은주밀리미터	mmHg		세제곱센티미터	cm <sup>3</sup>
	수주밀리미터	mmH <sub>2</sub> O		세제곱밀리미터	mm <sup>3</sup>
넓이	제곱미터	m <sup>2</sup>	무게	킬로그램	kg
	제곱센티미터	cm <sup>2</sup>		그램	g
	제곱밀리미터	mm <sup>2</sup>		밀리그램	mg
				마이크로그램	$\mu\text{g}$
용량	리터	L			
	밀리리터	mL			
	마이크로리터	$\mu\text{L}$			

## (9) 온도

- (가) 온도의 표시는 셀시우스(Celsius) 법에 따라 아라비아숫자 오른쪽에 °C를 붙인다. 절대온도는 K로 표시하고 절대온도 0 K는 -273°C로 한다.
- (나) 상온은 15~25°C, 실온은 1~35°C, 미온은 30~40°C로 한다. 냉소는 따로 규정 이 없는 한 15°C 이하의 곳을 뜻한다.

## (10) 농도

- (가) 액체 단위부피중의 성분질량 또는 기체 단위부피중의 성분질량을 표시할 때에는 중량/부피(w/v)%의 기호를 사용한다. 액체 단위부피중의 성분용량, 기체 단위 부피중의 성분용량을 표시할 때에는 부피/부피(v/v)%의 기호를 사용한다. 백만분의 용량비를 표시할 때는 ppm(part per million)의 기호를 사용한다.
- (나) 공기 중의 농도를 mg/m<sup>3</sup>으로 표시했을 때의 m<sup>3</sup>은 정상상태(NTP, Normal Temperature and Pressure : 25°C, 1기압)의 기체용적을 뜻한다. 따라서 노출 기준과 비교 시는 작업환경 측정 시의 온도와 압력을 실측하여 정상상태의 농도로 환산하여야 한다.

## (11) 시약, 표준물질

- (가) 분석에 사용되는 시약은 따로 규정이 없는 한 화학용 시약에 규정된 일급 이상의 것을 사용하여야 한다. 분석에 사용하는 시약은 제조회사에서 표시하는 농도합량을 따른다.
- (나) 광도법, 전기화학적분석법, 크로마토그래피법, 고성능액체크로마토그래피법에 쓰이는 시약은 특히 순도에 주의해야 하고, 분석에 영향을 미치는 불순물을 함유할 염려가 있을 때는 미리 검정하여야 한다.
- (다) 분석에 사용하는 지시약은 특이한 것을 제외하고는 KS M 0015(화학 분석용 지시약 조제방법)에 규정된 지시약을 사용한다.
- (라) 시험에 사용하는 표준품은 원칙적으로 특급시약을 사용하며, 표준용액을 조제하기 위한 표준용 시약은 따로 규정이 없는 한 적절히 보관되어 오염 및 변질이 안 된 상태로 보존된 것을 사용한다.

## (12) 측정·분석 방법에 사용하는 초순수는 따로 규정이 없는 한 정제증류수 또는 이온교환수지로 정제한 탈염수(脫鹽水)를 말한다.

## (13) 기구

- (가) 계량기구중 측정값을 분석결과의 계산에 사용할 목적으로 사용되는 것은 모두 보정하는 것을 원칙으로 한다.
- (나) 중량분석 용 저울은 적어도  $10^{-5}$  g(0.01 mg)까지 달수 있어야 하며, 화학분석 용 저울은 적어도  $10^{-4}$  g(0.1 mg)까지 달 수 있어야 하며, 국가검정을 필한 제품 또는 이에 준하는 검정을 필한 제품이어야 한다.
- (다) 이 시험법에서 사용하는 모든 유리 기구는 KS L 2302(이화학용 유리기구의 모양 및 치수)에 적합한 것 또는 이와 동등 이상의 규격에 적합한 것으로 국가에서 지정한 기관에서 검정을 필한 것을 사용하여야 한다.
- (라) 여과용 기구 및 기기는 특별한 언급이 없이 “여과한다.”라고 하는 것은 KS M 7602(거름종이(화학 분석용)) 거름종이 5종 또는 이와 동등한 여과지를 사용하여 여과함을 말한다.

## 5. 시료채취 및 분석 시 고려사항

## (1) 시료채취 기구 및 측정방법의 선택

시료채취의 목적과 시료채취시간, 방해인자, 예상되는 오염농도 및 실험실에서 보

유하고 있는 분석장비의 능력 등을 종합적으로 고려하여 최적의 시료채취기구 및 분석방법을 선택한다.

## (2) 검량선 작성을 위한 표준용액제조

### (가) 대상물질의 특성파악

분석하고자 하는 물질의 표준용액을 만들 원액(시약)의 순도와 특성(분자량, 비중, 노출기준)을 파악한다.

(나) 채취시료 노출기준의 0.1~2배 수준에서 각 분석대상물질의 양을 결정한다.

### (다) 표준용액 제조방법의 결정

일반적으로 표준용액 제조시 표준원액(stock solution)을 단계적으로 희석시키는 방법(희석식)과 표준원액에서 일정량씩 줄여 가면서 만드는 방법(배치식)이 있다. 희석식은 만들기가 수월한 반면 표준원액이 잘못되면 계통오차를 줄 수 있고 배치식은 여러 검량선 작성용 용액 중 몇 개가 잘못되더라도 이를 보정할 수가 있으나 만들기가 어려운 단점이 있다.

### (라) 표준용액의 제조

충분한 수의 표준용액을 준비한다. 일반적으로 분석하고자 하는 농도를 포함한 최소한 5개 수준의 표준용액을 제조한다.

### (마) 검량선의 작성시 주의점

- ① 표준원액으로 사용될 원액의 순도, 제조일자, 유효기간 등을 잘 파악해야 한다.
- ② 표준용액, 회수율 등에 사용되는 시약은 같은 롯트(Lot)번호를 가진 것을 사용하여야 한다.
- ③ 검량선은 시료 분석조건과 주입방법에 따라 작성하고 검량선이 적정하다고 판정하면 시료를 분석한다. 검량선은 분석할 시료의 농도를 포함해야 하며, 검량선에 사용된 표준용액의 농도보다 높은 시료의 경우는 희석하여 재분석 하거나 시료농도를 포함할 수 있는 표준용액을 추가로 제조하여 검량선을 다시 작성한다. 검량선의 적정성은 제시된 분석기기의 매뉴얼을 참조하거나 상관계수가 0.99이상의 것을 사용하도록 한다.

## (3) 회수율 검정을 위한 시료제조 및 회수율 계산방법

회수율은 여과지를 이용하여 채취한 물질의 분석값을 보정하는데 필요한 것으로 채취에 사용하지 않은 동일한 여과지에 첨가된 양과 분석량의 비로 표현된 값을 말한다. 이 실험을 통하여 여과지의 오염, 시약의 오염, 여과지에 대한 시료채취 효율 등을 알 수 있다. 시료 배치 당 최소한 한 번씩은 행해야 한다.

- (가) 회수율 실험을 위한 첨가량을 결정한다. 작업장의 농도를 포함하도록 예상되는 농도( $\text{mg}/\text{m}^3$ )와 공기채취량(L)에 따라 첨가량을 계산한다. 만일 작업장의 예상 농도를 모를 경우 첨가량은 노출기준과 공기채취량 240 L를 기준으로 계산한다. 계산된 첨가량 3개 농도 수준(0.5~2배)의 양을 반복적으로 3개(3수준  $\times$  3반복 = 9개) 주입할 여과지와 공시료 3개를 준비한다.
- (나) 분석대상물질의 원액 또는 희석액 일정량을 마이크로피펫 또는 마이크로시린지를 이용하여 여과지에 주입한다.
- (다) 여과지를 밀봉하고 하루 동안 상온에 놓아둔다.
- (라) 여과지를 바이알에 넣고 추출용액으로 추출한다.
- (마) 시료를 분석하여 검출량을 구한다.
- (바) 다음 식에 의해 회수율을 구한다.
- $$\text{회수율} = \text{분석량} / \text{첨가량}$$
- (사) 회수율은 최소한 0.75 이상이 되어야 하나 0.90 이상이면 좋다. 회수율에 대한 평가는 분석자가 해야 한다. 즉 12개의 회수율 실험결과를 근거로 판단해야 할 사항은 회수율간의 일정성이다. 만일 회수율간의 차이가 크고 변이가 심하여 일정성이 없으면 정확한 보정이 될 수가 없다. 따라서 그 원인을 찾아 교정하고 다시 실험을 실시해야한다.



## 유기주석(Organotin compounds)

원소기호: Sn	화 학 식: 표 1	분자량: 표 1	CAS No.: 표 1	
녹는점: 표 1	끓 는 점: 표 1	비 중: -	주석함량: 표 1	
<b>특징, 발생원</b> - 주석 유기화합물 마다 형태와 냄새가 다양함 <b>및 용도:</b> - 안정제, 각종 플라스틱 첨가제, 사업용 촉매, 살충제, 살균제, 목재보존제 등에 사용				
노출기준	고용노동부 (mg/m³)	0.1	OSHA (mg/m³)	0.1
	ACGIH (mg/m³)	0.1, 0.2(STEL)	NIOSH (mg/m³)	0.1
동의어:	Dibutyltin bis(isooctylmercaptoacetate)-BulOMA, Tetrabutyltin(TeBT), Tributyltin chloride(TBTC), Trichlorohexyltin hydroxide(TCHH)			
<b>분석원리 및 적용성:</b> 작업환경 중의 분석대상 물질을 여과지와 고체흡착제를 서로 연결하여 시료를 채 취하고 시료를 전처리 하여 시료용액을 조제한 후, HPLC와 AAS-Graphite furnace를 이용하여 정량한다. 적용농도는 공기량 300 L에서 0.015~1 mg/m³(as Sn)이다.				

시료채취 개요	분석 개요
<ul style="list-style-type: none"> <li>시료채취매체: 여과지+흡착튜브 (Glass fiber filter + XAD-2, 80 mg/40 mg)</li> <li>유량: 1~1.5 L/min</li> <li>공기량 -최소: 50 L -최대: 500 L</li> <li>운반: 드라이아이스에 넣어 운반</li> <li>시료의 안정성: 0℃에서 7일간 안정</li> <li>공시료: 시료 세트당 12개</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>분석기기: 고성능액체크로마토그래피 및 원자흡광광도계 (HPLC/AAS-Graphite furnace)</li> <li>분석대상물질: 주석(Sn)</li> <li>전처리 : 0.1%(v/v)의 초산이 첨가된 아세트니트릴 10 mL를 넣고 30분간 초음파 처리</li> <li>분리: HPLC(양이온 교환)</li> <li>Graphite furnace: 80℃에서 30초간 건조, 2,750℃에서 5초간 원자화</li> <li>범위: 5~50 ug Sn/시료</li> <li>검량선: 유기화합물 표준용액을 0.1%(v/v) 초산/아세트니트릴로 희석</li> <li>검출한계: 1 ug Sn/시료</li> <li>정밀도: 0.07-0.08</li> </ul>
방해작용 및 조치	정확도 및 정밀도
<ul style="list-style-type: none"> <li>주석이 포함된 다른 유기화합물에 의해서 서로 간섭을 받아 크로마토그램이 분리되지 않는다.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>연구범위(range studied): 0.07~0.2 mg/m<sup>3</sup> (300 L 공기시료)</li> <li>편향(bias): +1.2(BulOMA)~6.7(TBTC)%</li> <li>총 정밀도(overall precision): 0.07~0.10</li> <li>정확도(accuracy): ±7.1(TCHH)~10.0(TeBT)%</li> </ul>

시약	기구
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Zirconium acetate oxide: 분석시약등급</li> <li>▪ 초산암모늄(Ammonium acetate): 분석시약등급</li> <li>▪ 시트르산디암모늄(Diammonium citrate): 분석시약등급</li> <li>▪ 아세토니트릴(Acetonitrile): 크로마토그래피등급</li> <li>▪ 증류수</li> <li>▪ 빙초산(Glacial acetic acid): 분석시약등급</li> <li>▪ 메탄올(Methanol): 크로마토그래피등급</li> <li>▪ 0.1%의 초산이 첨가된 아세토니트릴</li> <li>▪ 초산 완충용액: 메탄올 70%, 증류수 27% 그리고 1 M 초산암모늄 3%를 부피비로 혼합</li> <li>▪ 시트르산 완충용액 : 0.2% 빙초산에 메탄올 70%, 증류수 26.8% 그리고 1 M 의 시트르산디암모늄 3%를 부피비로 첨가하여 혼합</li> <li>▪ 유기주석 표준원액(1,000 ug/mL(as Sn)): 아세토니트릴:초산을 0.1%(v/v)로 만든 용액에 순수한 유기주석 화합물을 첨가하여 만든다.</li> <li>▪ 검량선 작성용 표준용액: 표준원액을 적당량 취해 10 mL 용량플라스크에 넣은 후 아세토니트릴:초산을 0.1%(v/v)로 만든 용액으로 부피 눈금까지 채워 만든다.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ 채취기 : 고체흡착튜브(XAD-2, 80 mg/40 mg, )+ 유리섬유여과지(Glass fiber filter)가 장착된 3단 카세트 예) SKC 226-30, Gelman Type AE</li> <li>▪ 개인시료 채취용 펌프 : 1~1.5 L/min</li> <li>▪ HPLC/AAS-Graphite furnace</li> <li>▪ 초자기구 <ul style="list-style-type: none"> <li>1) 비이커 : 125 mL</li> <li>2) 용량플라스크 : 10, 100 mL</li> <li>3) 피펫 : 5~10 mL, 10~100 uL</li> </ul> </li> <li>▪ 초음파 수욕조</li> <li>▪ syringe : 20 uL</li> <li>▪ 건조기 또는 회화로, 200℃</li> <li>▪ 플라스틱 필름</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ 특별 안전보건 예방조치: 없음</li> </ul>	

## I. 시료채취

1. 시료채취매체를 이용하여 각 개인시료채취펌프를 보정한다.
2. 시료채취 전에 흡착튜브의 양끝을 절단하여 재빨리 필터가 장착된 카세트와 유연성 튜브를 이용하여 연결한 후, 흡착튜브와 펌프를 다시 유연성 튜브를 이용하여 연결한다.
3. 1~1.5 L/min의 유량으로 50~500 L 정도 시료채취를 한다.
4. 시료의 뚜껑을 닫고, 운반할 때에는 드라이아이스에 담아서 운반한다.  
※참고: 시료는 0℃ 이하에서 보관하며 7일간 안정하다.

## II. 시료 전처리

5. 카세트를 열고 시료와 공시료를 핀셋을 이용하여 125 mL 비이커에 넣는다.
6. 흡착튜브(XAD-2)의 앞 층과 앞 층의 유리섬유를 두 번째 비이커에 담는다. 그리고 흡착튜브 뒤 층과 남아 있는 유리섬유를 모두 세 번째 비이커에 넣는다.
7. 각각의 비이커에 0.1%(v/v)의 초산이 첨가된 아세토니트릴 10 mL를 넣고 플라스틱 필름(실링 필름)을 이용해 밀봉한다.
8. 초음파 수욕조에서 30분 동안 탈착시킨다.

### III. 분석

#### 【검량선 작성 및 정도관리】

9. 표준시료는 적어도 5개 이상을 만들어 검량선을 작성한다.
    - a. 표준원액을 알고 있는 양을 취해 10 mL 용량플라스크에 넣은 후 0.1% 초산/아세트니트릴로 만든 용액으로 눈금까지 채워 만든다.
    - b. 표준시료의 범위는 각 유기주석 물질에 따라 0.1~5 ug/mL 범위에서 만들어 사용하며, 분석시 표준시료, 시료 그리고 공시료를 함께 분석한다.
    - c. 각각의 유기화합물의 검량선을 준비한다.
  10. 회수율 시험을 위한 첨가량을 결정한다. 회수율 검정용 시료를 3가지 농도 수준에서 각 수준별로 각각 3개씩 조제하고, 공시료 3개를 준비한다.
    - a. 흡착튜브의 뒤 층을 제거한다.
    - b. 각 유기주석 물질에 따라 일정량(2~20 uL)을 뒤 층이 제거된 흡착튜브의 앞 층에 마이크로 주사기를 이용하여 주입한다. 여과지에도 동일한 양의 유기주석을 마이크로 주사기로 떨어뜨린다.
    - c. 튜브 및 여과지가 들어있는 카세트의 뚜껑을 닫고 하룻밤 정도 방치한다.
    - d. 현장시료와 동일한 방법으로 전처리를 한다.
    - e. 표준용액, 공시료 및 현장시료와 함께 분석하여 회수율을 구한다.
- ※ 농도 수준 및 수준별 반복정도는 분석자의 판단에 따라 달라질 수 있음.

#### 【분석과정】

11. HPLC의 운영은 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시킨다.

- a. Tetraorganotin 물질이 아닐 경우

(1) 칼럼 : Strong cation exchange column

예) Partisil-10 Strong cation Exchange Column and Solvecon Pre-Column kit(Whatman Inc.)

(2) 시료를 분석하기 전에 50~60 mL의 초산 완충액을 흘려보낸다.

(3) 이동상 유량 : 2 mL/min

(4) 이동상 농도구배

시간(min)	초산 완충액(%)	시트르산 완충액(%)
0 - 15	100	0
15 - 18	100 - 0	0 - 100
18 - 40	0	100

(5) 크로마토그램이 완성되고 나면 칼럼에 다시 초산 완충용액을 15분 간 흘려보내 HPLC를 초기화 시킨 후 시료를 다시 분석하도록 한다.

(6) 시료 100 uL를 주입한다.

- b. Tetraorganotin 물질의 경우

(1) 칼럼 : C18 예) Lichrosorb(Whatman Inc.)

(2) 시료를 분석하기 전에 50~60 mL의 100% 아세트니트릴을 흘려보낸다.

- (3) 용리액 유량 : 2 mL/min, isocratic, 100% 아세트니트릴
- (4) 시료 100 uL를 주입한다.

12. HPLC에 시료를 주입한 후 칼럼을 통과하고, 검출기를 통과 한 후 나온 시료가 포함된 이동상 용액을 1분 간격으로 받아 낸다(2 mL가 됨).
13. 위 용액들을 각각 AAS에 주입하여 Sn 분석을 실시한다. AAS-Graphite furnace는 제조회사가 권고하는 대로 기기를 작동시킨다.
  - ※ 80℃에서 30초 간 건조한 후, 2,750℃에서 5초 간 원자화시킨다. 시료주입, 건조 그리고 분석까지의 시간이 60초 내에서 이루어지도록 한다(gas interrupt mode).

#### IV. 계산

14. 다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.
  - ※ 농도 C는 공기 중의 각각의 유기주석 미립자와 증기의 합이다.

$$C = \frac{W - B + W_f + W_b - B_f - B_b}{V} \quad (mg/m^3)$$

- W : 회수율로 보정된 여과지에서의 유기주석의 양(ug),
- B : 회수율로 보정된 여과지 공시료의 유기주석의 양(ug)
- W<sub>f</sub> : 회수율로 보정된 흡착튜브 앞 층의 유기주석의 양(ug)
- W<sub>b</sub> : 회수율로 보정된 흡착튜브 뒤 층의 유기주석의 양(ug)
- B<sub>f</sub> : 흡착튜브 앞 층 공시료의 유기주석의 양(ug)
- B<sub>b</sub> : 흡착튜브 뒤 층 공시료의 유기주석의 양(ug)
- V : 공기채취량(L)

- ※ 필터나 튜브에 존재하는 주석의 양(ug) : AAS로 분석된 주석 양은 현장시료를 전처리하여 총 부피를 10 mL로 만든 다음, 이 용액 중 100 uL를 HPLC에 주입하여 칼럼과 검출기를 통과 한 이동상 용매를 1분 간격으로 받아 분석한 것이다. 따라서 1분 간격으로 받아 분석한 모든 주석의 양을 합한 것이 현장시료 100 uL에 포함되어 있는 주석의 양이고 전체 필터나 튜브에 존재한 주석의 양은 이 양에다 100배 해주어야 한다.

#### V. 비고

- 이 방법은 NIOSH Method 5504에 기초하여 작성하였다.
- Zr-coated graphite furnace tube(Zr-coated graphite furnace tube platform 필요 할 수도 있음)
  1. Zirconium coating : Pyrolytic graphite tube와 platform을 4.5%(w/v)zirconium acetate oxide 용액에 하룻밤 정도 넣어둔 후, 200℃의 건조기(Muffle furnace)에서 2시간 건조시켜 만든다.
  2. Pyrolytic zirconium-coated graphite furnace tube는 모든 유기주석화합물 분석에 사용할 수 있다. 그러나 Pyrolytic zirconium-coated graphite platform(e.g. L'vov platform)은 보다 낮은 농도

의 주석화합물을 분석할 수 있으며, TeBT 같은 휘발성이 있는 물질에 대한 원자화반응을 높여 준다. Platform은 상기방법으로 조제하거나 상업적으로 구매 할 수 있으며, 튜브 안에 위치시킬 때 광학정렬 등에 많은 주의를 기울여야 한다.

- 건강영향 및 예방조치: 단기 노출증상으로 눈, 피부 및 호흡기 자극이 있고 만성 건강영향으로 두통, 현기증, 인후염, 기침, 복통, 구토, 부분 마비, 피부 화상, 간장 괴사, 신장 손상 등이 있다. 작업 시작 전 적절한 호흡용보호구(유기용제 방독마스크, 송기마스크), 보호장갑, 보호의, 보안경 등을 착용해야 한다.

## VI. 참고문헌

1. 고용노동부 고시 제2018-62호, 화학물질 및 물리적인자의 노출기준, 2018.
2. American Conference of Governmental Industrial Hygienists(ACGIH): Documentation of the Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices, 7th Edition, 2018.
3. National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH) : NIOSH Manual of Analytical Methods, Method #5504, 1994.
4. National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH) : NIOSH pocket guide to chemical hazards and other databases, 2010.
5. Occupational Safety and Health Administration(OSHA) : Occupational Safety and Health Administration(OSHA) : Standards 29 CFR 1910.1000, Occupational safety and health standards - Toxic and hazardous substances - Table Z Limits for Air Contaminants, 2006.

표 1. 유기주석

물질명	CAS No.	화학식	분자량	주석함량(%)
Dibutyltin bis (isooctyl mercaptoacetate) (BullOMA)	25168-24-5	C <sub>28</sub> H <sub>56</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub> Sn	639.57	18.6
Tetrabutyltin(TEBT)	1461-25-2	C <sub>16</sub> H <sub>36</sub> Sn	347.16	34.2
Tributyltin chloride (TBTC)	1461-22-9	C <sub>12</sub> H <sub>27</sub> ClSn	325.49	36.5
Tricyclohexyltin hydroxide (TCHH, Piletran, Dowco213, Stannane)	13121-70-5	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> OSn	385.16	30.8