

KOSHA GUIDE

A - 52 - 2018

삼수소화비소에 대한  
작업환경측정 · 분석 기술지침

2018. 11.

한국산업안전보건공단

## 안전보건기술지침의 개요

- 작성자 : 한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원 박해동
- 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

# 삼수소화비소에 대한 작업환경측정 · 분석 기술지침

## 1. 목 적

이 지침은 산업안전보건법 시행규칙 제93조(작업환경측정 대상 작업장 등)의 규정에 의거 작업환경측정 대상인자 중 삼수소화비소에 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 삼수소화비소의 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 보관 상태에서 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) “탈착효율”이라 함은 채취한 유기화합물 등의 분석 값을 보정하는데 필요한 것으로, 시료채취 매체와 동일한 재질의 흡착관에 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(고용노동부 고시 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 분석화학적으로 반드시 최고의 정밀도와 정확도를 갖는다고는 할 수 없으며 이 시험방법 이외의 방법이라도 동등 이상의 정확도와 정밀도가 있다고 인정될 때에는 그 방법을 사용할 수 있다.
- (4) 이 시험방법에 표시한 사항 중 회수율, 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 댄음법은 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	$\text{m}^3$
	수은주밀리미터	mmHg		세제곱센티미터	$\text{cm}^3$
	수주밀리미터	mmH <sub>2</sub> O		세제곱밀리미터	$\text{mm}^3$
넓이	제곱미터	$\text{m}^2$	무게	킬로그램	kg
	제곱센티미터	$\text{cm}^2$		그램	g
	제곱밀리미터	$\text{mm}^2$		밀리그램	mg
				마이크로그램	$\mu\text{g}$
용량	리터	L			
	밀리리터	mL			
	마이크로리터	$\mu\text{L}$			

## (9) 온도

- (가) 온도의 표시는 셀시우스(Celcius) 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 규정이 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 단위부피중의 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 노출기준과 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 농도 함량을 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) 계량기구 중 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 보유하고 있는 분석장비의 능력 등을 종합적으로 고려하여 최적의 시료채취기구 및

분석방법을 선택한다.

## (2) 검량선 작성을 위한 표준용액제조

### (가) 대상물질의 특성과악

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

(나) 채취시료의 예상농도의 0.1~2 배 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 작성 시 주의점

- ① 표준원액으로 사용될 원액의 순도, 제조일자, 유효기간 등을 잘 파악해야 한다.
- ② 표준용액, 탈착효율 검정 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 외삽법은 피한다. 검량선의 적정성은 제시된 분석기기의 매뉴얼을 참조하거나 상관계수가 0.99이상의 것을 사용하도록 한다.

## (3) 내부표준물질의 사용방법 및 보정방법

### (가) 내부표준물질의 선정 시 다음의 특성을 가지는 물질로 선정한다.

- ① 머무름 시간이 분석대상물질과 너무 멀리 떨어져 있지 않아야 한다.
- ② 피크가 용매나 분석대상물질의 피크와 중첩되지 않아야 한다.
- ③ 내부표준물질의 양이 분석대상 물질의 양보다 너무 많거나 적지 않아야 한다.
- ④ 사용하는 분석기기의 검출기에서 반응이 양호해야 한다.

(나) 내부표준물질은 표준용액 등으로 사용하기 전에 탈착액에 일정량을 넣는다.

### (다) 보정방법

① 검량선 작성 시 각 표준용액을 분석한 크로마토그램 면적을 내부표준물질의 크로마토그램 면적으로 나눈 면적비로 회귀식을 구한다.

② 분석시료의 크로마토그램 면적을 내부표준물질의 크로마토그램 면적으로 나누어 면적비를 구한다.

③ ②에서 구한 면적비를 ①에서 구한 회귀식에 대입하여 농도를 구한다.

(4) 탈착효율 검정을 위한 시료제조 및 탈착효율 계산방법

탈착효율은 흡착관을 이용하여 채취한 유기용제 등의 분석값을 보정하는 실험이며, 흡착관의 오염, 시약의 오염, 분석대상 물질이 탈착액에 실제로 탈착되는 양을 파악하여 보정하기 위하여 시행한다. 시료 배치당 최소한 한 번씩은 행해야 한다.

(가) 탈착효율 실험을 위한 주입량을 결정한다. 작업장의 농도를 포함하도록 예상되는 농도(ppm)와 공기채취량(L)에 따라 주입량을 계산한다. 만일 작업장의 예상 농도를 모를 경우 주입량은 노출기준과 공기채취량 10 L(또는 20 L)를 기준으로 계산한다. 계산된 주입량에 5개 농도 수준(0.5 ~ 2배)의 양을 반복적으로 3개 (3수준 x 3반복 = 9개)와 공시료 3개를 준비한다.

(나) 탈착효율 실험용 흡착관의 뒤 층을 제거한다.

(다) 분석대상물질의 원액 또는 희석액 일정량을 마이크로실린지를 이용하여 흡착관의 앞 층에 주입한다.

(라) 흡착관을 마개로 즉시 막고 하루 동안 방치한다.

(마) 흡착관의 앞 층을 바이엘에 넣고 탈착액을 넣어 탈착한다.

(바) 탈착된 시료를 분석하여 검출량을 산출한다.

(사) 다음 식에 의해 탈착효율을 구한다.

$$\text{탈착효율} = \text{검출량} / \text{주입량}$$

(아) 탈착효율은 최소한 0.75 이상이 되어야 하나 0.90 이상이면 좋다. 탈착효율에 대한 평가는 분석자가 해야 한다. 즉 12개의 탈착효율 실험결과를 근거로 판단해야 할 사항은 탈착효율간의 일정성이다. 만일 탈착효율간의 차이가 크고 변이가 심하여 일정성이 없으면 정확한 보정이 될 수가 없다. 따라서 그 원인을 찾아 교정하고 다시 실험을 실시해야한다.



## 삼수소화비소(Arsine)

분자식: $\text{AsH}_3$	화학식: $\text{AsH}_3$	분자량: 77.95	CAS No.: 7784-42-1
녹는점: $-116.3^\circ\text{C}$	끓는점: $-62.5^\circ\text{C}$	비 중: -	용 해 도: 3.484 g/L( $20^\circ\text{C}$ )

**특징, 발생원 및 용도:**

- 상온에서 가스상태로 존재
- 반도체 운환제, 유기화합물 합성, 축전기 등에 사용되며, 합성화학공업, 반도체 제조업, 축전기 제조업 등에서 사용

노출기준	고용노동부 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	0.005	OSHA ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	0.05
	ACGIH ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	0.005	NIOSH ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	0.002(C)

**동의어:** 수소비화물(Hydrogen arsenide), 삼수소화비소(Arsenic trioxide), 아르신(Arsine)

**분석원리 및 적용성:** 작업환경 중 대상물질을 흡착튜브에 채취하고 질산으로 탈착하여 원자흡광광도계(AAS-Graphite furnace)를 이용하여 정량한다. 적용농도는 공기량 10 L에서 0.0003~0.06 ppm(0.001~0.02  $\text{mg}/\text{m}^3$ )이다. 이 방법은 기본적인 분석방법으로 화합물을 명확하게 구분하지 못한다.

시료채취 개요	분석 개요
<ul style="list-style-type: none"> <li>■ 시료채취매체: 고체흡착튜브 (Charcoal 100 mg/ 50 mg)</li> <li>■ 유량: 0.01~0.2 L/min</li> <li>■ 공기량-최소: 0.1 L (at 0.05 ppm) -최대: 10 L</li> <li>■ 운반: 시료포집 즉시 마개를 고체흡착튜브의 양 끝에 마개를 닫아 밀폐된 상태에서 운반</li> <li>■ 시료의 안정성: 상온 보관시 6일 동안 안정함</li> <li>■ 공시료: 시료 세트당 2-10개의 현장 공시료</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ 분석기술: 원자흡광광도계-흑연로 분석법 (Atomic absorption-graphite furnace) - 흑연로: 건조(<math>110^\circ\text{C}</math>, 40초), 회화(<math>1200^\circ\text{C}</math>, 15초), 원자화(<math>2540^\circ\text{C}</math>, 7초)</li> <li>- 파장: 193.7 nm; <math>\text{D}_2</math> 또는 <math>\text{H}_2</math>로 보정</li> <li>- 주입량: 50 <math>\mu\text{L}</math></li> <li>■ 분석대상물질: 비소(As)</li> <li>■ 탈착시료: 1 mL 0.01 M 질산으로 30분 동안 조음과 처리</li> <li>■ 매트릭스 개선제: 니켈이온(<math>\text{Ni}^{2+}</math>) 1,000 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math></li> <li>■ 범위: 0.01~0.3 <math>\mu\text{g}/\text{시료}</math></li> <li>■ 검량선: 100 mg Charcoal과 0.01 M 질산용액 내 비소(<math>\text{As(III)}</math>)</li> <li>■ 검출한계: 0.004 <math>\mu\text{g}/\text{시료}</math></li> <li>■ 정밀도: 0.060 (at 0.012~0.11 <math>\mu\text{g}/\text{시료}</math>)</li> </ul>

방해작용 및 조치	정확도 및 정밀도
<ul style="list-style-type: none"> <li>분자흡수를 제어하기 위해서 배경보정을 한다.</li> <li>가스 또는 에어로졸과 같은 다른 비소 화합물이 포집되어 삼수소화비소라고 기록될 수 있는데, 이는 고체 흡착튜브 앞에 막여과지(cellulose ester filter)를 부착하여 에어로졸의 포집을 막을 수 있다.</li> <li>삼수소화비소 포집시, 습도에 따른 활성탄 용량의 관련성에 대한 연구가 없다.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>연구범위(range studied): 0.9~0.4 mg/m<sup>3</sup>(10 L 시료), 0.001~0.01 mg/m<sup>3</sup></li> <li>편향(bias): -6.13% at 0.01~0.2 L/min -11% at 0.876 L/min</li> <li>총 정밀도(overall precision): 0.087</li> <li>정확도(accuracy): ±23.2%</li> </ul>

시약	기구
<ul style="list-style-type: none"> <li>증류수 또는 탈이온수</li> <li>질산(특급)</li> <li>0.01 M 질산 : 0.4 mL 질산을 1 L 물로 희석시킴</li> <li>0.1 M 질산 : 4 mL 질산을 1 L 물로 희석시킴</li> <li>비소 보관용액: 1,000 ug As(III)/mL, 상품을 구입하거나</li> <li>표준용액(1,000 ug As(III)/mL) : 표준품을 구입하거나, 0.1 M 질산 100 mL에 건조된 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.322 g을 용해시키고, 0.1 M 질산으로 1 L까지 희석시킴.</li> <li>검량선 표준용액(1.0 ug As(III)/mL) : 0.1 mL 표준용액을 0.01 M 질산 100 mL로 희석시킴. 매일 새로 만들 것</li> <li>질산니켈 용액(1,000 ug Ni/mL) : 표준품을 구입하거나 건조된 질산니켈 3.112 g을 0.1 M 질산 100 mL에 용해시키고, 물로 1 L까지 희석시킴.</li> <li>아르곤 압축가스</li> <li>99% 삼수소화비소 또는 보증된 질소 혼합물</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>시료채취매체: 고체흡착튜브(glass tube, 길이 7 cm, 외경 6 mm, 내경 4 mm) 600℃에서 활성화된 코코넛 껍질 활성탄이 2 mm 우레탄 폼으로 두 부분으로 나누어짐(앞 100 mg, 뒤 50 mg), 유량 1 L/min에서 흡착튜브를 통과시 압력손실이 3.4 kPa보다 작을 것. ※참고: 공기중에 입자상 비소가 존재할 경우, 고체흡착관 앞에 막여과지를 부착하여 사용.</li> <li>개입시료채취펌프(유연한 튜브관 연결됨), 유량 0.01~0.2 L/min</li> <li>원자흡광광도계-흑연로(Atomic absorption spectrophotometer-graphite furnace atomizer), 열분해 되지 않는 튜브, 비소 비전극 방출(discharge) 또는 중공음극램프, 배경보정</li> <li>1 L, 100 mL 용량플라스크</li> <li>5 ~ 500 uL 마이크로 피펫</li> <li>10 또는 15 mL 원심분리튜브</li> <li>초음파 수욕조</li> <li>원심분리기</li> <li>1 uL까지 읽을 수 있는 0.1 mL 가스 실린지</li> </ul> <p>※모든 유리기구는 사용 전에 질산으로 씻고 증류수로 행구어 준다.</p>
<ul style="list-style-type: none"> <li>특별 안전보건 예방조치: 비소는 발암물질이므로 모든 작업은 흡후드에서 이루어져야 한다. 삼수소화비소는 흡입에 대하여 매우 강한 독성이 있기 때문에 성능이 좋은 후드에서 사용한다('V. 비교' 참고).</li> </ul>	

## I. 시료채취

1. 시료채취매체를 이용하여 각 개인시료채취펌프를 보정한다.
2. 시료채취 직전에 고체흡착관의 양 끝을 깨고, 유연성 튜브로 개인시료채취펌프와 연결한다.  
※참고: 만약 공기 중에 입자상 비소 화합물이 존재할지도 모를 경우 고체흡착관 앞에 막여과지를 부착하여 사용한다.
3. 0.01~0.2 L/min의 정확한 유량으로 총 0.1~10 L의 공기를 채취한다.
4. 시료채취가 끝난 뒤에는 고체흡착관의 양 끝을 플라스틱 마개로 닫고 밀봉하여 안전하게 운반한다.

## II. 시료 전처리

5. 고체흡착튜브의 앞부분과 뒷부분의 흡착제를 각각 원심분리튜브에 분리하여 놓는다. 이때 흡착관 안에 들어 있는 유리섬유와 우레탄폼은 버린다.
6. 각각의 원심분리튜브에 0.01 M 질산 1.0 mL를 넣고 마개를 닫는다.
7. 6번의 시료를 초음파 수욕조에 넣고 30분 동안 흔들여 준다.
8. 각각의 원심분리튜브를 원심분리한다.

## III. 분석

### 【검량선 작성 및 정도관리】

9. 0.004~0.3 ug 비소/시료 범위에서 5개 농도수준 이상의 표준용액으로 매일 작성한다.
  - a. 공시료의 고체흡착관에서 100 mg 흡착제를 원심분리튜브에 넣고 기지량의 검량선 표준용액과 0.01 M 질산 1 mL를 넣는다.
  - b. 표준용액을 시료 및 공시료와 함께 분석한다.
  - c. 검량선 그래프를 작성한다(흡광도 vs 비소 질량(ug)).
10. 시료당 0.004~0.2 ug 비소범위의 시료에 대하여 탈착효율을 확인한다. 3개 농도수준에서 각각 3개 시료 및 공시료 3개에 대하여 원심분리튜브를 준비한다.
  - a. 공시료에서 뒷부분의 흡착제를 제거한다.
  - b. 기지량의 깨끗한 삼수소화비소 가스(또는 보증된 삼수소화비소를 포함하는 혼합물)를 마이크로 시린지로 흡착제 앞부분에 직접 주입한다.
  - c. 원심분리관의 마개를 닫고, 하루 동안 방치한다.
  - d. 시료전처리 방법에 따라 탈착하고 표준용액과 함께 분석한다.
  - e. 탈착효율을 구하여 농도계산식에 적용한다.
11. 검량선 그래프의 신뢰도를 확인하기위해 3개의 정도관리 스파이크 시료를 분석한다.

### 【분석과정】

12. 원자흡광광도계 제조사의 권고와 “분석개요”에 제시된 조건을 참고하여 기기를 설정한다.

13. 50 uL의 표준용액과 시료를 주입하고 피크면적을 측정한다.

※참고1: 만약 시료의 흡광도 값이 검량선 그래프 직선보다 위에 있다면 그 용액을 0.01 M 질산으로 희석하여 재분석하고 희석계수를 적용한다.

※참고2: 분석과정을 통해서 표준용액의 피크값의 재현성을 관찰한다. 만약 이상한 결과가 발생한다면, 기기의 파라미터를 다시 최적화 하고 흑연튜브를 교체한다.

#### IV. 계산

14. 앞층( $W_f$ )과 뒷층( $W_b$ )에서 검출된 삼산화비소의 무게, 공시료의 앞층( $B_f$ )과 뒷층( $B_b$ )에서 검출된 삼산화비소의 무게를 정량한다.

※참고: 만약  $W_b > W_f/10$ 이라면, 파파로 인한 시료의 손실이 발생했다고 기록한다.

15. 다음 식에 의하여 해당물질의 농도를 구한다.

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

- $W_f$  : 시료의 앞부분 흡착제에서 검출된 분석물질 (ug)
- $W_b$  : 시료의 뒷부분 흡착제에서 검출된 분석물질 (ug)
- $B_f$  : 공시료의 앞부분 흡착제에서 검출된 분석물질 (ug)
- $B_b$  : 공시료의 뒷부분 흡착제에서 검출된 분석물질 (ug)
- $V$  : 공기채취량 (L)
- $DE$  : 탈착효율

#### V. 비교

- 이 방법은 NIOSH Method 6001에 기초하여 작성하였다.
- 다른 방법: 비소 및 그 무기화합물의 분석 방법은 NIOSH Method 7900을 참고하고, 삼산화비소 분석방법은 NIOSH Method 7901을 참고한다.
- 건강영향 및 예방조치: 노출시 구토, 위통, 호흡곤란, 현기증 등의 증상이 나타나고, 지속적인 노출에 의해 신경기관 이상 및 심하면 사망할 수 있음. 적절한 보호구를 착용하고 작업 중 환기상태를 확인하며 초기 노출증상이 나타나면 반드시 관리자에게 보고할 것.

#### 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 #6001, 1994.
4. National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH) : NIOSH pocket guide to chemical hazards and other databases, 2018.
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.

---