

KOSHA GUIDE

A - 49 - 2019

니켈카르보닐에 대한
작업환경측정·분석 기술지침

2019. 12.

한국산업안전보건공단

안전보건기술지침의 개요

- 작성자 : 한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원 박현희
- 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)
 - 2019년 11월 산업위생분야 제정위원회 심의(개정, 법규개정조항 반영)

- 관련규격 및 자료
 - National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH Manual of Analytical methods (NMAM), 4th ed, 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
 - Health and Safety Executive (U.K.), Methods for the Determination of Hazardous Substances (MDHS) guidance, 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, 2019.

- 관련법규·규칙·고시 등
 - 산업안전보건법 시행규칙 제150조 (유해인자 허용기준)
 - 산업안전보건법 시행규칙 제193조 (작업환경측정 대상작업장 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)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 : 2019년 12월 24일
- 제 정 자 : 한국산업안전보건공단 이사장

니켈카르보닐에 대한 작업환경측정 · 분석 기술지침

1. 목적

이 지침은 산업안전보건법 시행규칙 제150조(유해인자 허용기준)의 규정에 따른 허용기준 설정 대상 유해인자와 제193조(작업환경측정 대상 작업장 등)의 규정에 따른 작업환경측정 대상 유해인자 중 니켈카르보닐에 대한 측정 및 분석을 수행할 때 정확성 및 정밀성을 유지하기 위하여 필요한 제반 사항에 대하여 규정함을 목적으로 한다.

2. 적용범위

이 지침의 적용대상은 산업안전보건법 시행규칙에서 정한 허용기준 설정 대상 유해인자와 작업환경측정 대상 유해인자 중 니켈카르보닐의 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 보관 상태에서 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) “탈착효율탈착효율”이라 함은 채취한 유기화합물 등의 분석 값을 보정하는데 필요한 것으로, 시료채취 매체와 동일한 재질의 매체에 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 제2017-27호)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 탈착효율, 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 유효숫자는 따로 규정이 없는 한 한국산업규격 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 한국산업규격 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	μm		마이크로그램/밀리리터	μg/mL
	나노미터	nm		퍼센트	%
압력	기압	atm	부피	세제곱미터	m ³
	수은주밀리미터	mmHg		세제곱센티미터	cm ³
	수주밀리미터	mmH ₂ O		세제곱밀리미터	mm ³
넓이	제곱미터	m ²	무게	킬로그램	kg
	제곱센티미터	cm ²		그램	g
	제곱밀리미터	mm ²		밀리그램	mg
				마이크로그램	μg
용량	리터	L			
	밀리리터	mL			
	마이크로리터	μL			

(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 규정이 없는 한 15°C이하의 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 단

위 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^3 으로 표시했을 때의 m^3 은 정상상태(NTP, Normal Temperature and Pressure : 25℃, 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 일급이상의 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 한국산업규격 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 증류수는 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, 화학분석용 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 한국산업규격 KS L 2302(이화학용 유리기구의 모양 및 치수)에 적합한 것 또는 이와 동등이상의 규격에 적합한 것으로 국가에서 지정한 기관에서 검정을 필한 것을 사용하여야 한다.
- (라) 여과용 기구 및 기기는 특별한 언급이 없이 “여과한다”라고 하는 것은 한국산업규격 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 0.1~2배 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 보정 할 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, 탈착효율 등에 사용되는 시약은 같은 롯트(Lot)번호를 가진 것을 사용해야 한다.
- ③ 검량선은 시료 분석조건과 주입방법에 따라 작성하고 검량선이 적정하다고 판정하면 시료를 분석한다. 검량선은 분석할 시료의 농도를 포함해야 하며 외삽 법은 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×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 바이알에 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 실시해야 한다.

니켈카르보닐(Nickel Carbonyl, as Ni)

분자식: $\text{Ni}(\text{CO})_4$	화학식: $\text{Ni}(\text{CO})_4$	분자량: 170.73	CAS No.: 13463-39-3
녹는점: $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$	끓는점: $43\text{ }^{\circ}\text{C}$	비 중: 1.318	용 해 도: 0.018 g/100 mL(10°C)

특징, 발생원 및 용도: - 무색의 휘발성 액상 물질
- 고순도의 니켈제조와 철 및 다른 금속의 니켈 코팅에 사용되며, 증기도금이나 반도체 제조 사업장에서 사용

노출기준	고용노동부 (ppm)	0.001, 발암성 1A, 생식독성 1B	OSHA (ppm)	0.001
	ACGIH (ppm)	0.001	NIOSH (ppm)	0.001

동의어: -

분석원리 및 적용성: 작업환경 중 대상물질을 매체에 채취하여 산으로 회화시킨 다음 시료용액을 조제하여 유도결합플라스마분광광도계(Inductively Coupled Plasma Spectrometer, ICP) 또는 원자흡광/흑연로 분석법(Atomic absorption, graphite furnace)를 이용하여 정량한다.

시료채취 개요	분석 개요
<ul style="list-style-type: none"> ■ 시료채취매체: 프리필터 및 고체흡착관(low Ni charcoal, 120 mg/60 mg; $0.8\text{ }\mu\text{m}$ cellulose ester membrane) ■ 유량: 0.05~0.2 L/min ■ 공기량-최대: 7 L at 0.001 ppm -최소: 80 L ■ 운반: 여과지(시료포집 부분이 위를 향하도록 함)와 고체흡착관의 마개를 닫아 밀폐된 상태에서 운반 ■ 시료의 안정성: 실온에서 17일 저장시 95% 안정함 ■ 공시료: 시료 세트 당 2~10개 또는 시료수의 10%이상 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 분석기술: 유도결합플라스마분광광도계법 또는 원자흡광/흑연로 분석법 - 흑연로: 건조(110°C, 30초), 회화(800°C, 15초), 원자화($\geq 2700^{\circ}\text{C}$, 10초) - 파장: 232 nm - 주입량: 20 μL ■ 분석대상물질: 니켈(Nickel) ■ 전처리: 3% 질산 1 mL를 넣고 30분간 초음파 ■ 검량선: 3% 질산(w/v)에서 Ni^{2+}의 표준용액 ■ 범위: 니켈(Ni) 0.05~0.6 $\mu\text{g}/\text{sample}$ ■ 검출한계: 니켈(Ni) 0.01 $\mu\text{g}/\text{sample}$ ■ 정밀도: 0.028 at 니켈(Ni) 0.08~0.5 $\mu\text{g}/\text{sample}$
방해작용 및 조치	정확도 및 정밀도
<ul style="list-style-type: none"> ■ 프리필터(prefilter) 없이 시료를 채취할 경우, 입자상 니켈 화합물이 방해작용을 할 것이다. 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 연구범위(range studied) : 0.0007~0.017 ppm(3~40 L 공기시료) ■ 편향(bias): -7% ■ 총 정밀도(overall precision): 0.099 ■ 정확도(accuracy): $\pm 26.4\%$ ■ 시료채취분석오차: 0.116(ICP), 0.120(AAS)

시약	기구
<ul style="list-style-type: none"> 증류수 70%(w/v) 질산(유리에서 재증류 됨) 3%(w/v) 질산 : 증류수에 70% 질산 31 mL를 넣고 증류수를 사용하여 1 L로 맞춤. 니켈용액(1000 µg Ni/mL) : 1 g 순수 니켈 금속을 최초 소량의 70% 질산에서 용해시킨 후, 3% 질산으로 희석시킴(표준품으로 구매 가능). 표준용액(50 µg Ni/mL) : 10 mL 용량플라스크에 니켈용액(1000 µg/mL) 0.500 mL를 넣고 3% 질산으로 희석시킴. 폴리에틸렌 병에 넣어 보관함(1주일 정도 안정). 아르곤, 2단 레귤레이터가 장착된 고순도의 가스 참고: 질소는 UV를 흡수하는 시아노젠 형성으로 인해 퍼지 가스로 사용될 수 없음. 산으로 세척된 활성탄 	<ul style="list-style-type: none"> 시료채취매체: <ul style="list-style-type: none"> a. 프리필터(prefilter): 막여과지(cellulose ester filter, 공극 0.8 µm, 직경 37 mm), 카세트홀더 b. 흡착튜브: 길이 8 cm, 외경 6 mm, 내경 4 mm, 플라스틱 캡으로 끝이 밀봉됨, 산으로 세척된 활성탄(앞 120 mg, 뒤 60 mg)이 2 mm 우레탄 폼으로 나누어짐. 글라스울 플러그가 앞부분에 있고, 3 mm 우레탄 폼 플러그가 뒷부분에 있음. 유량 1 L/min에서 압력손실이 3.4 kPa 이하이어야 함. 참고 : 프리필터는 공기중에 입자상 니켈이 존재할 때 반드시 사용해야 함. 흡착튜브와 프리필터의 연결은 짧은 플라스틱 튜브로 할 것. 개인시료채취펌프(유연한 튜브관 연결됨), 유량 0.05~0.2 L/min 원자흡광광도계(atomic absorption spectrophotometer): <ul style="list-style-type: none"> a. 가열된 그라파이트 튜브 또는 가열로(열분해되거나 열분해 되지 않은 것, 열분해에 좋은 민감도를 가진 것). 참고 : 건조, 회화 및 원자화 동안 시간과 온도의 재생 가능한 관리가 필요함(최소 원자화 온도 2700℃). b. 판독장치(기록기 또는 디지털 피크높이 또는 피크면적 분석기) c. 피펫팅 시스템(자동 또는 수동, 분무기 크기에 맞게 정확하게 5~50 µL 피펫) d. 배경보정-예)D₂ 또는 H₂ 램프 또는 비흡수선(231.5 nm for 232 nm Ni line) e. 중공음극램프 바이알(플라스틱 캡) 피펫 초음파 수욕조(Ultrasonic water bath) 용량플라스크 폴리에틸렌 병 마이크로실린지 <p>※모든 유리기구는 1시간 동안 질산에 담가 두고 증류수로 행구어 준다. 사용 후에는 세제, 수돗물, 3% 질산(4시간 이상 담가둠), 증류수 등의 순으로 세척한다.</p>
<ul style="list-style-type: none"> 특별 안전보건 예방조치: 없음 	

I. 시료채취

1. 각 개인 시료채취펌프를 하나의 대표적인 시료채취매체로 보정한다.
2. 시료채취 직전에 흡착튜브의 양 끝을 깨고, 프리필터를 장착한다. 흡착튜브와 프리필터를 시료채취 펌프에 유연한 튜브로 연결한다.
3. 0.05~0.2 L/min의 정확한 유량으로 총 7~80 L의 공기를 채취한다.
4. 채취가 끝난 흡착튜브는 캡을 씌우고 안전하게 운반한다.

II. 시료 전처리

5. 흡착관의 앞부분과 뒷부분 흡착제를 각각 바이알에 담는다. 유리섬유와 우레탄폼 플러그는 버리고, 프리필터는 버리거나 입자상 니켈을 분석한다.
6. 각각의 바이알에 3% 질산 1.0 mL를 넣고, 뚜껑을 닫는다.
7. 초음파 수욕조에서 30분 동안 초음파 처리한다.

III. 분석

【검량선 작성 및 정도관리】

8. 최소한 5개 표준용액으로 매일 보정한다.
 - a. 일정량의 표준용액을 10 mL 용량플라스크에 넣고, 3% 질산으로 눈금까지 희석한다. 일련의 희석을 통하여 필요한 농도를 만든다.(0.01~0.6 µg/mL 농도범위의 니켈이온 포함). 폴리에틸렌 병에 보관하고 매일 만든다(하루 동안 안정).
 - b. 표준용액을 공시료 및 시료와 함께 분석한다.
 - c. 검량선 그래프를 작성한다(흡광도 vs 표준용액 농도(µg Ni²⁺)).
9. 시료채취매체(고체흡착튜브)에 알고 있는 양의 분석대상물질을 주입한 시료(spike 시료)로 아래와 같이 탈착효율(Desorption Efficiency) 시험을 실시하여 현장 시료 분석값을 보정한다.

<탈착효율 시험>

 - a. 예상 시료량이 포함되도록 3가지 이상의 수준 및 공시료 3개 이상의 시료를 만든다.
 - b. 하룻밤 방치한 후 'II. 시료전처리' 과정과 동일하게 전처리하고 현장 시료와 동일하게 분석한 후 탈착효율을 다음과 같이 구한다.
 - c. 2에서 구한 탈착효율을 계산식에 사용하여 보정하고, 수준별로 탈착효율의 차이가 뚜렷하면 수준별로 보정한다.
10. 검량선 그래프와 탈착효율 그래프의 재현성 점검을 위해 미지의 분석대상물질을 주입한 시료와 분석자가 분석대상물질을 주입한 3개의 시료를 분석한다.

【분석과정】

11. 원자흡광광도계 제조사의 권고와 '분석개요'에 제시된 바에 따라 원자흡광광도계와 흑연로(graphite furnace)의 조건을 설정한다.
 - a. 주입가스 유량: 원자화 과정에서 유량이 방해받을 수 있으므로, 민감도가 증가한다.
 - b. 파장: 232 nm 또는 341.5 nm
 - c. 건조 주기 : 110℃에서 30초, 더 긴 시간과 승온 프로그램은 20 µL 이상의 시료를 필요로 한다.
 - d. 회화 주기 : 800℃에서 15초.
 - e. 원자화 주기 : 2,700~3,000℃에서 10초. 2600℃이하에서 원자화는 재현성 있는 결과를 내기에는

너무 느리다. ‘최고 크기(maximum power)’가 감도를 증가시킬 것이다.

12. 오토샘플러 또는 피펫으로 주입한다.

13. 피크높이를 측정한다. 각각의 시료 세트를 분석하기 전과 후에 일련의 표준용액을 분석하고 각 10개 시료 분석마다 한 개의 중간수준 표준용액을 분석한다. 흡착튜브 공시료와 공시료를 포함한 모든 시료용액을 3번씩 분석한다.

Note 1: 원자화 주기 시작 3초 후에 최고값(peak)이 발생한다.

Note 2: 만약, 피크높이가 검량선 그래프 직선보다 위에 있다면 그 용액을 3% 질산으로 희석한 후 재분석하여 계산된 정확한 희석계수를 사용한다.

IV. 계산

14. 흡착튜브의 앞부분(W_f)과 뒷부분(W_b) 흡착제에서 검출된 니켈의 무게(μg)를 구하고, 공시료 흡착튜브의 앞부분(B_f)과 뒷부분(B_b) 흡착제에서 검출된 니켈의 무게(μg)를 구한다.

참고 : 만약 $W_b > W_f/10$ 이라면, 해당 시료는 파과된 것으로 판단한다.

15. 채취된 공기부피(V)에서 검출된 니켈카르보닐의 농도(C)를 다음 식에 의하여 계산한다.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V \times DE}$$

C : 분석물질의 최종 농도(ppm)
 W_f : 시료 앞 층의 양(μg)
 W_b : 시료 뒤 층의 양(μg)
 B_f : 공시료 앞 층의 양(μg)
 B_b : 공시료 뒤 층의 양(μg)
 V : 공기채취량(L)
 DE : 탈착효율

V. 비교

- 이 방법은 NIOSH Method 6007에 기초하였다.
- 다른 방법은 NIOSH 7304 등이 있다.
- 건강영향 및 예방조치: 니켈카르보닐은 흡입 또는 피부를 통해 인체에 흡수되며, 화상, 구역, 호흡 곤란, 현기증 등의 증상이 나타나며, 장기간 노출시 생식계 영향, 알레르기 반응 등을 유발할 수 있음. 적절한 보호구를 사용하고 환기가 잘되는 곳에서 취급함.

VI. 참고문헌

1. 고용노동부 고시 제2018-62호, 화학물질 및 물리적인자의 노출기준, 2018.
2. 고용노동부 고시 제2017-27호, 작업환경측정 및 지정측정기관 평가 등에 관한 고시, 2017.
3. American Conference of Governmental Industrial Hygienists(ACGIH): Documentation of the Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices, 7th Ed, 2019.
4. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH): NIOSH pocket guide to chemical hazards and other databases, 2018.
5. National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH): NIOSH Manual of Analytical

Methods, Method 6007.

6. 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
-