

## 활성탄관법을 이용한 공기중 이황화탄소 농도 측정법에 관한 연구

서울대학교 보건대학원

이 나 루 · 백 남 원

— Abstract —

### Evaluation of the Charcoal Tube Sampling Method for Carbon Disulfide in Air

Na Roo Lee and Nam Won Paik

*School of Public Health, Seoul National University, Seoul, Korea*

This study was conducted to evaluate the charcoal tube sampling method for carbon disulfide in the air. Breakthrough was investigated according to flow rate, sampling time and air volume. Also the storage stability by storage method and time was investigated. The results are summarized as follows.

1. The samples stored at room temperature (28.2°C), refrigerator (3.8°C) and freezer (-15.6°C) were analyzed every week to five weeks. At one week storage at room temperature, 3.5% of CS<sub>2</sub> in the front section of the charcoal tube migrated into the back section and 57.7% at five weeks. The amount of CS<sub>2</sub> in the back section of the charcoal increased continuously by storage time. Migration of CS<sub>2</sub> was slow at refrigerator, and stopped occur at freezer. Recovery rate CS<sub>2</sub> was 52-82% at room temperature and 92-101% at refrigerator, based on the amount at freezer as a reference value. Thus loss was observed at room temperature.
2. When 6-48 L of fresh air were passed through tubes with spiked amounts of 0.379 and 0.759mg sample, the amounts of CS<sub>2</sub> in the back section of charcoal were 5.7-132.4 and 0-92% of the amount in the front section, respectively. The total recovery rates of CS<sub>2</sub> from 0.379 and 0.759mg spiked sample were 35.7-101.0% and 91.3-100.1%, respectively. CS<sub>2</sub> loss was observed in 0.379mg spiked sample, but not in 0.759mg spiked sample. In the spiked samples, the amount of CS<sub>2</sub> in the back section of charcoal was not affected by flow rate when the air volume was controlled. The amount of CS<sub>2</sub> in the back section of charcoal increased over sampling time. And the faster the flow rate, the more the migration amount when the sampling time

was the same.

3. A known concentration, 10 ppm of CS<sub>2</sub>, was produced in a 200 L Tedlar bag. When the air volume was 24, 36, 48 L, breakthrough was 5.8, 16.9, 47.4%, respectively. The sampling flow rate of 0.05, 0.1, 0.2 Lpm did not change the breakthrough rate. Breakthrough increased over sampling time. And the faster the flow rate, the more the breakthrough, when the sampling time was the same.

**Key Words :** Carbon disulfide, Breakthrough

## I. 서 론

원진레이온의 이황화탄소로 인한 직업병이 사회적인 문제로 대두되면서 레이온 공장의 정확한 작업환경측정이 요구되었다. 몇몇 기관에서 원진레이온의 작업환경을 측정하였으나 농도가 매우 낮거나 파과시료(파과현상은 황성탄관의 뒷층에서 나타난 양이 앞층에서 나타난 양의 10% 이상이 되는 것을 말한다)가 많이 나와 작업환경측정의 정확도와 신뢰도가 사회적으로 논란이 되었다. 따라서 정확한 작업환경측정과 평가를 위해 공기중 이황화탄소농도 측정시 파과를 일으키는 요인에 관한 연구가 요구되었다.

이황화탄소는 레이온, 토양살균제 및 사염화탄소 제조에 주로 사용되며 산업위생 실험실에서 탈착용매로도 많이 사용된다(ACGIH, 1991).

레이온 공장에서 이황화탄소에 고농도로 폭로된 사람들은 다발성신경염, 경련, 두통증상, 정신병과 신경계 질환을 나타내고, 낮은 농도에 만성적으로 폭로되면 심혈관계 질환을 나타낸다(NIOSH, 1977). 미국 정부산업위생전문가협회(American Conference of Governmental Industrial Hygienists, ACGIH)와 우리나라 노동부에서는 신경장해 뿐 아니라 심혈관계 질환을 예방하기 위해 8시간 시간가중허용농도를 10 ppm으로 정하고 있다(노동부, 1991). 미국 국립산업안전보건연구원(National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH)에서는 건강장해를 일으킨다고 증명된 가장 낮은 농도인 10 ppm에 안전계수를 적용하여 8시간 시간가중허용농도를 1 ppm으로 정하고 있다(ACGIH, 1991).

과거에는 임편지에 시료를 포집한 후 비색법으

로 분석하여 공기중 이황화탄소 농도를 측정하였다. 그러나 1975년 McCammon 등이 황성탄관으로 시료를 채취하여 가스크로마토그래피의 불꽃광도검출기(Flame Photometric Detector, FPD)로 분석하는 방법을 발표한 이후, 황성탄관법이 임편지법보다 정확하고 편리하다는 점을 인정받아 NIOSH 공정시험법으로 채택되어 현재까지 사용되고 있다(McCammon 등, 1975, NIOSH, 1985).

황성탄관법을 이용하여 공기중 유기용제를 측정할 때 일반적으로 문제가 되는 것은 파과현상이다. 파과시료는 유기용제가 황성탄에 흡착되지 않고 빠져나가 공기중 농도를 과소평가할 가능성이 있어, 파과시료가 많이 나온 측정결과는 정확도와 신뢰도가 떨어지며 실제로 25%의 파과시료는 버리도록 미국 ACGIH에서 규정하고 있다. 그러므로 일반적으로 유기용제의 파과현상에 관한 연구논문들이 많이 보고되었다(Saalwaechter 등, 1977).

그러나 이황화탄소의 파과현상에 관한 연구논문은 McCammon 등 및 Peltonen 논문 등으로 소수에 불과하다(McCammon 등, 1975, Peltonen, 1989). 이는 이황화탄소에 폭로되는 작업장이 주로 레이온 공장으로서 일반적으로 산업위생이 발달한 나라에 많지 않고, 유기용제 분석에 주로 사용하는 가스크로마토그래피의 불꽃이온검출기(Flame Ionization Detector, FID) 대신 FPD를 사용하는 어려움 때문으로 생각된다.

파과현상은 시료채취시 황성탄관 앞층이 포화되어 용제가 뒷층으로 넘어가 흡착하는 경우와 유량이 너무 빨라 용제가 앞층의 황성탄과 흡착할 충분한 시간을 갖지 못하고 뒷층으로 넘어가는 경우에 나타난다. 이러한 파과현상에 영향을

주는 인자로서 시료채취시간, 유량, 유기용제농도, 온도, 압력, 습도 및 활성탄 특성이 보고되었다(Saalwaechter 등, 1977). 이러한 요인중 주로 시료채취시간과 유량을 제어하여 파파를 방지함으로써, 본 연구에서는 두 요인을 변화시켜 파파현상에 영향을 주는 정도를 살펴보았다.

시료보관 중에 활성탄관 앞층에 흡착되었던 용제가 뒷층으로 이동하는 경우 파파현상과 구별이 안되므로 이런 이동현상을 파악하는 것은 중요하다. 일단 흡착되었던 용제가 탈착되어 활성탄관 뒷층으로 이동할 때 영향을 주는 인자가 활성탄에 흡착된 용제의 양, 보관시간 및 온도 등이다(Rose 등, 1982). 온도가 중요한 요인으로 고려되는 것은 온도에 따라 유기용제의 증기압이 달라지기 때문이다. 본 연구에서는 보관시간과 온도를 달리하여 뒷층으로 이동하는 정도를 살펴보았다.

본 논문의 목적은 미국 국립산업안전보건연구원의 공정시험법 'Method No. 1600'을 토대로 공기중 이황화탄소농도 측정방법을 검증하여 정확한 측정법을 확립하는데 있다. 따라서 본 연구에서는 1) 시료 보관방법과 시간에 따른 시료의 안정성 검증을 하였고, 2) 활성탄에 흡착된 이황화탄소가 오염되지 않은 공기를 통과할 때 이동하는 정도를 조사하였고, 3) 시료채취시 시료채취시간과 유량을 변화시켜 이들에 따른 파파정도의 차이를 조사하였다.

## II. 재료 및 방법

### 1. 재 료

#### 1) 이황화탄소 기지량을 흡착시킨 활성탄시료 (Spiked Sample)

활성탄관의 앞층에 표준원액을 3 $\mu$ l씩 주입하여 활성탄에 이황화탄소 기지량이 흡착된 시료를 제조하였다. 표준원액(stock solution)은 이황화탄소 원액(HPLC grade, ALDRICH, USA)과 톨루엔(HPLC grade, FISHER Scientific, USA)을 혼합하여 만들었다. 미량주사기(Exmire microsyringe, ITD Corporation, Japan)를 이용하여 150mg(앞층:100mg, 뒷층:50mg)의 활성탄이 충전된

흡착관(SK-226, SKC, USA)에 표준원액을 직접 주입하였다. 시료제조후 실온에서 12시간 보관하여 활성탄에 이황화탄소 용액이 충분히 흡착되도록 하였다.

#### 2) 이황화탄소 표준공기

증기상태의 이황화탄소가 포함된 공기를 만들기 위해, 유기용제와 거의 반응을 일으키지 않고 알려진 테들라 공기주머니(Tedlar Sample Bag, 231 series, SKC, USA)를 이용하였다. 200 L 테들라 공기주머니에 유리섬유 여과지를 부착한 공기채취용펌프(Gilian HFS, USA)를 이용하여 실내 공기를 채운 다음 이황화탄소 원액을 주입하였다. 이때 공기주머니의 이황화탄소 농도는 우리나라 노동부와 미국 정부산업 위생전문가협회(ACGIH)의 허용농도인 10 ppm이 되도록 시료공기를 제조하였다. 시료공기 제조후 공기주머니 내에서 충분한 확산이 일어나도록 실온에서 12시간 방치한 다음 시료를 채취하였다.

#### 3) 흡습제관

공기중 이황화탄소 시료채취시 방해물질이라고 알려진 수분을 제거하기 위하여 흡습제관을 제조하였다. 제습제는 110℃로 유지된 진공오븐에서 1시간 동안 건조시킨 무수황산나트륨(Sodium Sulfate Anhydrous, Shinyo pure chemicals Co, Japan)을 사용하였는데, 이를 270mg씩 칭량하여 유리관에 넣어 흡습제관을 제조하였다.

### 2. 측정 방법

#### 1) 활성탄관내 이황화탄소의 안정성

이황화탄소가 흡착된 활성탄관 시료의 시간과 보관방법에 따른 안정성을 검증하기 위한 실험은 이황화탄소 기지량을 흡착시킨 활성탄시료(Spiked Sample)를 이용하였다. 활성탄관에 첨가한 이황화탄소량은 농도가 10 ppm인 공기중에서 10 L를 채취하였을 때 활성탄에 흡착되는 양으로 정하였다.

동시에 만든 총 60개 시료를 상온, 냉장실 및 냉동실에 각각 보관하면서 시료를 제조한 날에서 1주, 2주, 3주, 4주 및 5주째 되는 날 각 묶음에서 4개씩 무작위로 추출하여 활성탄관의 앞층과 뒷층을 각각 분석하였으며 보관장소의 온도는 표 1과 같다.

**Table 1.** Storage Method and Temperature

Method	Temperature (°C)
Room temperature	28.2±0.6
Refrigeration	3.8±0.7
Freezing	-15.6±1.1

## 2) 공기(Fresh Air) 통과에 따른 이황화탄소의 이동

오염되지 않은 공기를 통과시킬 때 활성탄에 흡착된 이황화탄소가 이동하는 정도를 파악하기 위한 본 실험은 이황화탄소 기지량을 흡착시킨 활성탄관시료(Spiked Sample)를 이용하였다. 활성탄관에 주입한 양은 공기중 이황화탄소 농도가 10 ppm 및 20 ppm의 공기 10 L를 채취하였을 때 흡착되는 양과 동일하게 하였다.

이황화탄소 기지량이 흡착된 활성탄관에 흡습제를 부착하여 저유량 공기채취용 펌프(Gilian Model LFS, USA)와 연결하여 3수준의 유량과 5수준의 시료채취시간을 조합하여 맑은 공기를 각 활성탄관에 통과시켰다.

미국 국립산업안전보건연구원 공정시험법에서 권고하는 범위안의 유량에서 이동하는 정도에 차이가 생기는지 알아보기 위해 세 수준의 유량(0.05, 0.1, 0.2 Lpm)을 선택하였다. 시료채취시간은 1, 2, 3, 4 및 8시간을 선택하여 시간에 따른 이동정도를 살펴보았다. 시료채취시간과 유량의 조합으로 생기는 공기통과량을 6-48 L로 선택하여 공정시험법에서 권고하는 최대의 공기채취량 25 L 이하와 이상에서 이동하는 정도를 비교하여 살펴보았다.

동시에 제조한 시료중 공기를 통과시키지 않은 시료를 이용하여 시료제조의 정확도를 확인하였다.

## 3) 시료채취시 파과현상

유량과 시료채취시간이 파과현상에 영향을 주는 정도를 알아보기 위한 본 실험에서는 공기주머니에서 이황화탄소 시료를 채취하였다. 흡습제가 부착된 활성탄관을 공기채취용 펌프와 공기주머니에 연결하여 시료를 채취하였다.

미국 국립산업안전보건연구원 공정시험법에서 권고하는 범위안의 유량에 따라서 파과정도에 차

**Table 2.** Operating Condition of Gas Chromatography

Variable	Condition
Injection volume	4 µl
Column	glass, 2m×6mm OD, 5% OV-17 on 80/100 mesh GasChrom Q Alltech, 6087, USA
Carrier gas	N <sub>2</sub>
Flow rate	20ml/min
Injector temperature	150°C
Detector temperature	145°C
Oven temperature	40°C

이가 생기는지 알아보기 위해 세 수준의 유량(0.05, 0.1, 0.2 Lpm)을 선택하였다. 경제적이고 파과가 일어나지 않는 시료채취 시간을 결정하기 위해 4수준(2, 3, 4, 8시간)의 시료채취시간을 선택하여 시간에 따른 파과정도를 살펴보았다.

## 3. 분석 방법

미국 국립산업안전보건연구원의 공정시험법 'Method No. 1600'에 따라 활성탄에 흡착된 이황화탄소를 분석하였다. 이황화탄소를 탈착시키기 위해 활성탄관의 앞, 뒷층을 5ml 유리병에 각각 담아 톨루엔을 첨가하여 실온에서 1시간 동안 방치하였다. 이황화탄소 분석은 FPD가 부착된 가스 크로마토그래피(Gas chromatography, Model HP 5890A, Hewlett Packard사, USA)로 하였다. 가스 크로마토그래피의 분석 조건은 표 2와 같다. 불꽃광도 검출기로 분석했을 때 이황화탄소 표준용액의 검량선은 크로마토그램상 나타나는 피크 면적의 제곱과 비례하였다. 기기는 표준용액으로 매일 보정하여 사용하였다.

## III. 결과 및 고찰

### 1. 활성탄관내 이황화탄소의 안정성

상온, 냉장 및 냉동실에 시료를 5주 동안 보관하면서 1주 간격으로 분석하여 이황화탄소가 활성탄관 뒷층으로 이동하는 양과 이황화탄소 회수율의 변화를 살펴본 결과는 표 3과 같다. 매 분석 시 보관장소에서 각각 4개의 시료를 무작위로 추

**Table 3.** Stability by Storate Method and Time

Storage Method/ Period (week)	No. of Samples	Amount of CS <sub>2</sub> (mg)		
		Front Section (Mean ± SD)	Back Section (Mean ± SD)	Total (Mean ± SD)
Room temperature(28. 2℃ )				
1	4	0. 218±0. 028	0. 008±0. 006	0. 226±0. 027
2	3	0. 204±0. 031	0. 028±0. 004	0. 232±0. 035
3	4	0. 164±0. 015	0. 039±0. 010	0. 203±0. 023
4	4	0. 127±0. 016	0. 071±0. 027	0. 198±0. 042
5	4	0. 091±0. 010	0. 053±0. 017	0. 144±0. 015
Refrigeration(3. 8℃ )				
1	4	0. 288±0. 027	0. 000±0. 000	0. 288±0. 027
2	4	0. 299±0. 017	0. 003±0. 005	0. 302±0. 016
3	4	0. 226±0. 012	0. 004±0. 005	0. 230±0. 013
4	4	0. 233±0. 013	0. 019±0. 007	0. 252±0. 012
5	4	0. 233±0. 049	0. 020±0. 006	0. 253±0. 044
Freezing( -15. 6℃ )				
1	4	0. 290±0. 047	0. 000±0. 000	0. 290±0. 047
2	4	0. 297±0. 020	0. 000±0. 000	0. 297±0. 020
3	4	0. 247±0. 031	0. 000±0. 000	0. 247±0. 031
4	4	0. 250±0. 031	0. 000±0. 000	0. 250±0. 031
5	4	0. 276±0. 019	0. 000±0. 000	0. 276±0. 019

출한 다음, 활성탄관의 앞층과 뒷층을 각각 분석하여 평균과 표준편차를 구했다. 상온에서 2주째 분석한 것 중에서 하나가 뒷부분에서 너무 많은 양이 나타나 이는 시료제조 과정의 오차로 생각되어 제외시켰다.

1) 활성탄관 뒷층으로 이황화탄소가 이동하는 양  
이황화탄소가 활성탄관 뒷층으로 이동하여 흡착되는 양은 표 4 및 그림 1과 같다. 상온보관시 1주째에 활성탄관 앞층의 이황화탄소 3.5%가 뒷층으로 이동하였고, 2주째는 13.8%가 이동하였다. 5주까지 뒷층으로 이동하는 이황화탄소 양이 계속 증가하였다. 4주, 5주째는 뒷층으로 이동한 이황화탄소가 각각 앞층의 55.5, 57.9%로 큰 변화가 없었다. 활성탄이 앞층과 뒷층에 2:1의 비율로 충전되어 있는데 흡착되는 이황화탄소도 이비에 도달하면 농도차에 의한 평형이 이루어지는 것 같다.

NIOSH 'method 1600'에서는 공기중 이황화탄소를 활성탄관으로 측정할 때 뒷층에서 나타난 양이 앞층의 10% 이상이 되면 파파가 일어났고 시료의 손실 가능성이 있다고 명시하고 있는데,

표 3에서 보듯이 상온 보관시 2주가 경과하면 이양을 넘게 되어 측정결과의 정확도와 신뢰도를 저하시킨다.

냉장 보관한 시료는 2주째 앞층의 이황화탄소 0.9%가 뒷층으로 이동하기 시작하여 5주째 8.5%가 이동할 때까지 시간에 따라 이동하는 양이 조금씩 증가하였다. 그러나 뒷층으로 이황화탄소가 이동하는 속도는 상온보다 훨씬 느렸다. 또한 더

**Table 4.** Migration of Spiked CS<sub>2</sub> from Front Section to Back Section of Charcoal Tube by Storage Method and Time

Storage Period (week)	Ratio of CS <sub>2</sub> in the Back Section to the Front Section* (%)		
	Room Temperature (28.2℃)	Refrigeration (3.8℃)	Freezing (-15.6℃)
1	3.5(4)	0.0(4)	0.0(4)
2	13.8(3)	0.9(4)	0.0(4)
3	23.7(4)	1.7(4)	0.0(4)
4	55.5(4)	8.1(4)	0.0(4)
5	57.9(4)	8.5(4)	0.0(4)

\* Amount of Back Section/Amount of Front Section×100  
( ) Number of Samples

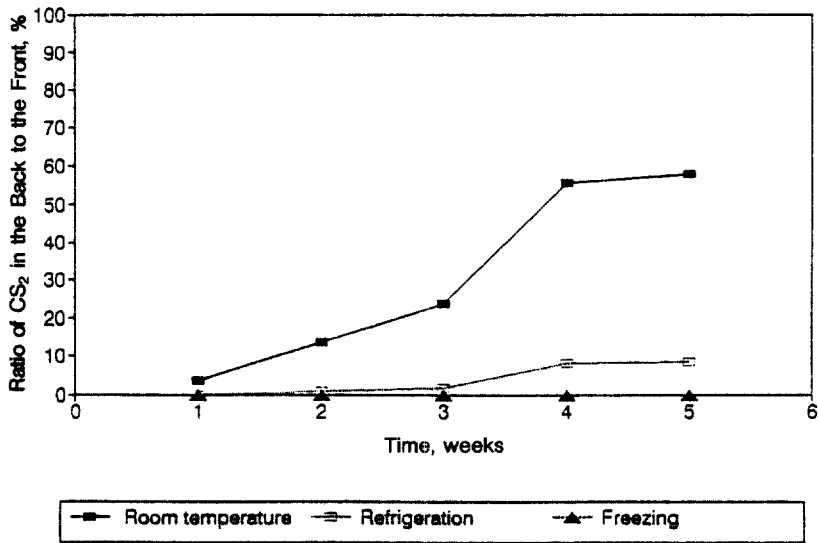


Fig. 1. Migration of Spiked CS<sub>2</sub> from Front Section to Back Section of Cahrcoal Tube by Storage Method and Time.

낮은 온도에서 보관한 냉동 시료는 5주까지 뒷층으로 이동하지 않았다. 이는 증기압을 낮춤으로써 탈착되어 이동하는 양을 감소시킨 것으로 생각된다.

이상으로 볼 때 이황화탄소 시료는 냉장보관이나 냉동보관을 해야 하고 상온보관시 2주 이상이 되지 않도록 해야 한다.

## 2) 이황화탄소 회수율의 변화

냉동보관한 시료는 뒷층으로 이동이 일어나지 않았으므로 보관하는 동안 안정하다고 할 수 있다. 따라서 냉동시료의 이황화탄소 회수율을 기준으로 하여 상온보관한 시료와 냉장보관한 시료의 회수율을 상대적 비율로 하였는데 이는 표 5와 그림 2에 나와 있다.

상온에서 1주일 동안 보관한 시료는 같은 기간 동안 냉동보관한 시료의 78%의 이황화탄소가 회수되고, 22%가 손실되었다. 4주까지 보관한 시료의 회수율은 78-82%의 수준이었으며, 5주째 회수된 이황화탄소 회수율이 52%로 급격히 떨어졌다.

표 4에서 나타난 바와 같이 4주 및 5주째 이황화탄소가 뒷층으로 이동한 비는 각각 55.5%, 57.9%로 비슷했지만, 회수율은 각각 79, 52%로 많

은 차이가 있다. 즉 4주째에 비해 5주째 활성탄 앞층과 뒷층 모두 이황화탄소 양이 적게 나타났다. 냉장보관한 시료는 회수율이 크게 변화하지 않았다.

McCammon 등은 실온에 보관한 이황화탄소 시료가 1주 후에 파과현상이 시작되며, 시간에 따라 증가하고 냉장보관시에는 파과가 지연되었다. 상온보관시 전체적인 양의 손실은 일어나지 않는다고 보고하였다(McCammon 등, 1975). 그런데 정확한 시료의 양과 온도를 명시하지 않고 있어 정확한 실험조건을 알 수 없으므로 본 실험결과와 직접 비교가 어렵다. NIOSH의 Backup Data Re-

Table 5. Comparison of CS<sub>2</sub> Recovery (%) by Storage Method and Time

Storage Period (week)	Room temperature (28.2°C)	Refrigeration (3.8°C)	Freezing (-15.6°C)
1	77.7(4)	99.3(4)	100.0(4)
2	78.1(3)	101.4(4)	100.0(4)
3	82.5(4)	93.3(4)	100.0(4)
4	79.1(4)	100.9(4)	100.0(4)
5	52.2(4)	91.6(4)	100.0(4)

( ) Number of Samples

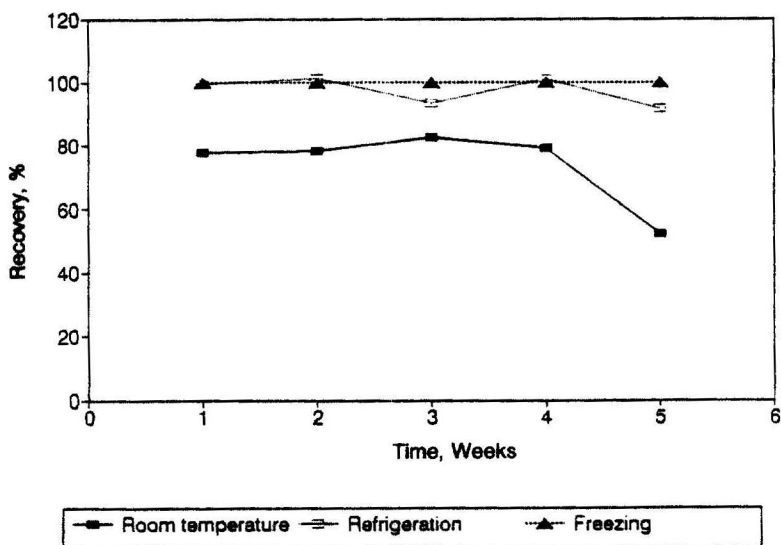


Fig. 2. Comparison of CS<sub>2</sub> Recovery (%) by Storage Method and Time.

port에서는 0.560mg을 활성탄에 흡착시켜 상온에서 1주일간 보관한 결과 시료의 손실이 없었다고 보고하고 있다(NIOSH, 1977). Peltonen은 활성탄에 20 $\mu$ g을 흡착시켜 3-14일간 냉장(6 $^{\circ}$ C)으로 보관한 결과 2.3%의 시료의 손실이 있었으나 시간에 따른 것은 아니었다고 보고하였다(Peltonen, 1989).

본 실험의 결과는 온도를 낮추어 보관했을 때 뒷층으로의 이동을 지연시킨 점은 기존의 보고와 일치하였으나 회수율의 변화는 기존의 보고와 달랐는데, 원인으로 추정되는 것은 온도이다. McCammon과 Peltonen은 보통 상온이라고만 명시하였는데 본 실험에서 상온은  $28.2 \pm 9.6^{\circ}\text{C}$ 였다. 이황화탄소는 20 $^{\circ}\text{C}$ 에서는 증기압이 300 mmHg, 25 $^{\circ}\text{C}$ 에서는 증기압이 360 mmHg로서 온도에 따라 증기압이 상당히 많이 변화하기 때문에 온도가 중요인자로 작용했을 것으로 생각된다.

본 실험 결과에서 나타난 바와 같이 이황화탄소 시료는 보관온도 및 시간에 따라 영향을 많이 받는다. 따라서 공기중에서 시료를 채취한 후 가능한 한 낮은 온도에 보관, 운반하여 빠른 시일내에 분석하여야 정확하고 신뢰할 수 있는 작업환경측정결과를 얻을 수 있다.

## 2. 공기 통과에 따른 이황화탄소의 이동

공기채취용 펌프로 오염되지 않은 공기를 활성탄관에 통과시킴에 따라 이미 활성탄에 흡착되어 있던 이황화탄소가 이동하는 양상과 활성탄에 흡착된 이황화탄소 회수율의 변화 정도를 유량, 공기통과시간 및 공기채취량에 변화시키면서 관찰하였다.

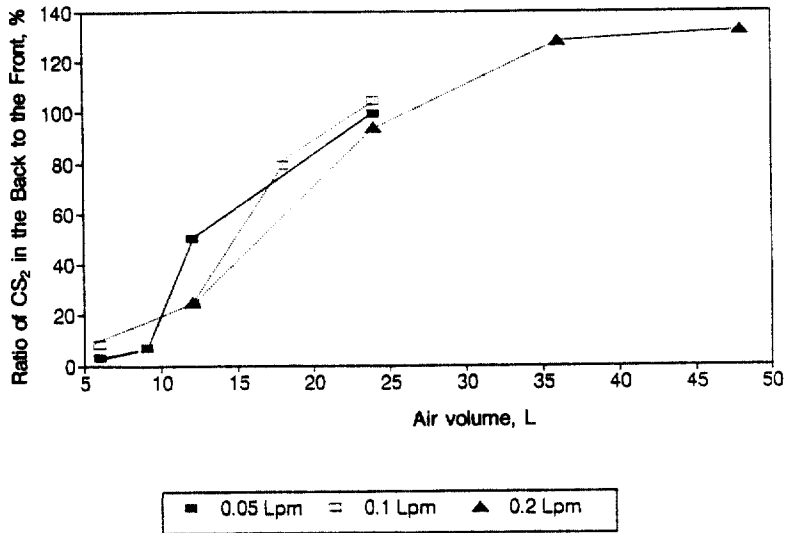
### 1) 유량에 따른 이동

유량과 공기채취 시간을 변화시키면서 오염되지 않은 공기를 0.379mg의 이황화탄소가 흡착된 활성탄관에 통과시켰을 때 이황화탄소가 이동하는 양상을 나타낸 것이 표 6이다. 그림 3은 이황화탄소가 이동하는 양을 공기통과량에 대해 유량별로 나타낸 것이다. 통과시킨 공기량이 12, 24 L일 때, 0.05 Lpm에서는 각각 50.6, 99.2%가 뒷층으로 이동하였고, 0.1 Lpm에서는 24.3, 104.6%가 뒷층으로 이동하였고, 0.2 Lpm에서는 25.2, 94.2%가 뒷층으로 이동하였다. 각각의 유량에서 공기통과량이 증가함에 따라 뒷층으로 이황화탄소가 이동하는 비는 증가하였다. 그러나 통과시킨 공기량이 12 L나 24 L로서 공기통과량이 같은 점에서는 유량간에 이동하는 비의 차이는 없었다.

이황화탄소 기지량이 흡착된 활성탄관에서 0.05, 0.1, 0.2 Lpm의 유량변화에 따라 이동하는

**Table 6.** Migration of CS<sub>2</sub> in 0.379mg Spiked Charcoal Tube with Fresh Air Sampling

Flow Rate (Lpm)	Sampling Time (hr)	No. of Samples	Amount of CS <sub>2</sub> (mg)		
			Front Section (Mean $\pm$ SD)	Back Section (Mean $\pm$ SD)	Total (Mean $\pm$ SD)
0.05	2	3	0.385 $\pm$ 0.009	0.012 $\pm$ 0.021	0.397 $\pm$ 0.013
0.05	3	4	0.329 $\pm$ 0.016	0.023 $\pm$ 0.015	0.353 $\pm$ 0.008
0.05	4	4	0.245 $\pm$ 0.090	0.124 $\pm$ 0.075	0.369 $\pm$ 0.036
0.05	8	3	0.118 $\pm$ 0.090	0.117 $\pm$ 0.011	0.235 $\pm$ 0.090
0.1	1	4	0.341 $\pm$ 0.042	0.029 $\pm$ 0.043	0.369 $\pm$ 0.032
0.1	2	3	0.288 $\pm$ 0.030	0.070 $\pm$ 0.013	0.358 $\pm$ 0.019
0.1	3	3	0.188 $\pm$ 0.052	0.149 $\pm$ 0.059	0.338 $\pm$ 0.017
0.1	4	3	0.154 $\pm$ 0.058	0.161 $\pm$ 0.024	0.315 $\pm$ 0.077
0.2	1	4	0.298 $\pm$ 0.109	0.075 $\pm$ 0.048	0.373 $\pm$ 0.061
0.2	2	3	0.154 $\pm$ 0.019	0.145 $\pm$ 0.015	0.298 $\pm$ 0.030
0.2	3	3	0.059 $\pm$ 0.031	0.076 $\pm$ 0.039	0.135 $\pm$ 0.043
0.2	4	3	0.080 $\pm$ 0.032	0.106 $\pm$ 0.062	0.186 $\pm$ 0.093

**Fig. 3.** Migration of CS<sub>2</sub> in 0.379mg Spiked Charcoal Tube by Flow Rate.

정도의 차이가 없었으므로 이황화탄소 시료채취 시 이들간의 파파의 정도 차이가 없을 것으로 기대된다.

## 2) 공기통과시간에 따른 이동

공기통과시간에 따라 이황화탄소가 이동하는 양상을 유량별로 나타낸 것이 그림 4이다. 세 유량 수준(0.05, 0.1, 0.2 Lpm)에서 모두 공기통과 시간이 증가함에 따라 뒷층으로 이동하는 비가

증가했다. 공기통과시간이 2,4시간일 때, 0.05 Lpm에서는 각각 이황화탄소 3.1, 50.6%가 뒷층으로 이동하였고, 0.1 Lpm에서는 24.3, 104.6%가 뒷층으로 이동하였고, 0.2 Lpm에서는 94.2, 132.5%가 뒷층으로 이동하였다. 유량이 빠를수록 공기통과시간이 길어짐에 따라 이동하는 비율이 증가했다.

0.05, 0.1, 0.2 Lpm으로 공기를 통과시켰을 때



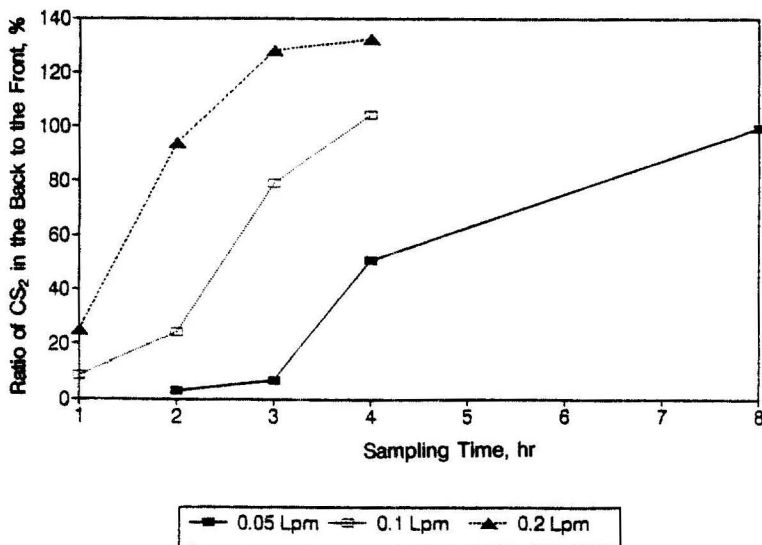


Fig. 4. Migration of CS<sub>2</sub> in 0.379mg Spiked Charcoal Tube by Sampling Time.

같은 공기통과 시간, 즉 2시간이나 4시간에서 뒷층으로 이동한 비는 크게 달랐다. 0.2 Lpm으로 공기를 통과시켰을 때, 0.05 Lpm으로 공기를 통과시켰을 때보다 이동하는 속도가 빨랐다.

### 3) 공기통과량에 따른 이동

이황화탄소 0.379mg과 0.759mg이 각각 흡착된 활성탄관에 공기를 통과시켰을 때 공기통과량에 따른 이황화탄소 전체량과 뒷층으로 이동하는 양의 변화를 나타낸 것이 각각 표 7과 표 8이다.

공기량의 변화에 따라 활성탄관의 뒷층으로 이동하는 이황화탄소의 양을 그림 5에 나타냈다. 공기량이 증가할수록 두 활성탄관에서 모두 뒷층에 이동하는 비는 증가하고 있다. 0.379mg의 이황화탄소가 흡착된 활성탄관에서 뒷층에 나타나는 비가 증가한 것은 뒷층에 나타나는 양은 일정하지만 앞층의 양이 감소하기 때문이다. 공기채취용 펌프에 의한 공기 흐름과 함께 뒷층으로 이동한 이황화탄소는 뒷층 활성탄이 포화되면 공기 흐름과 함께 활성탄관을 빠져나가는 것 같다.

두 활성탄관에서 전체적인 양의 변화를 나타낸 것이 그림 6이다. 0.379mg을 흡착시킨 활성탄관에서는 전체량의 감소가 일어났으나 0.759mg을 흡착시킨 활성탄관에서는 이황화탄소 양이 더 많았음에도 불구하고 전체적인 양의 손실이 없었

다. 0.379mg을 흡착시킨 활성탄관에서는 뒷층에 최대 0.146mg이 흡착된 다음 전체량의 손실이 일어났고, 0.759mg을 흡착시킨 활성탄관에서는 뒷층에 최대 0.423mg이 흡착되어도 손실이 일어나지 않았다.

위 결과의 원인으로 추정해 볼 수 있는 것은 습도이다. 일반 대기중의 공기를 통과시킨 이 두 실험 간에 대기중의 습도가 많이 달랐다. 0.379mg을 흡착시켜 실험한 날은 대기중의 습도가 85, 87, 81%였고 0.759mg을 흡착시켜 실험한 날은 대기중의 습도가 62, 50%였다. 습도는 공기중 이황화탄소 포집시 방해물질로서 파과를 일으키는 공기채취량을 감소시킨다고 알려져 있다. 파과를 일으키는 공기채취량을 감소시킨다는 것은 유기용제가 흡착할 활성탄 자리에 수분이 흡착함으로써 활성탄의 흡착능력을 감소시킨다는 것이다. 이 실험에서 공기중의 수분을 제거하기 위해 무수황산 나트륨 270mg을 사용했으나 이 양은 상대 습도 100%에서 공기 6 L의 수분을 제거하는 것으로 확인된 양이다.

0.379mg을 흡착시킨 실험에서 전체적인 양의 감소가 생기고, 뒷층에 더 적은 양의 이황화탄소가 흡착된 것은 이황화탄소가 흡착할 활성탄 자리에 수분이 흡착했기 때문이라고 생각할 수 있

**Table 7.** Migration of CS<sub>2</sub> in 0.379mg Spiked Charcoal Tube by Air Volume (Recovery 100=0.379mg)

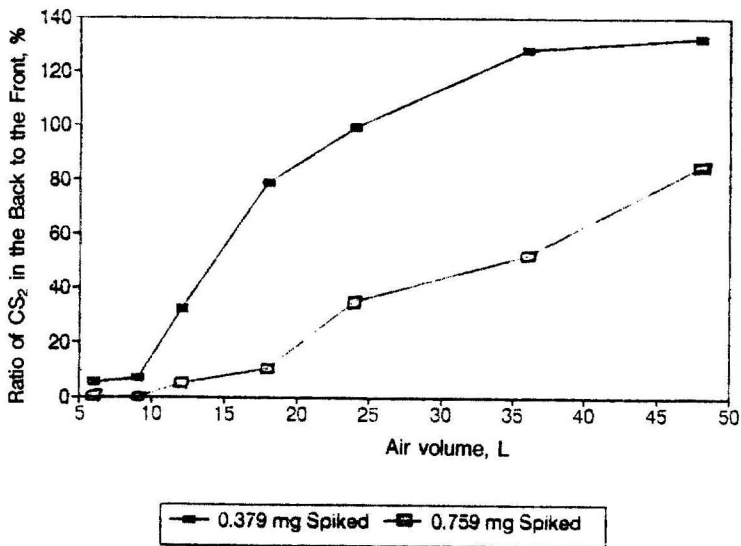
Air Volume (L)	No. of Samples	Total Amount (mg)	Amount in Back Section (mg)	Recovery (%)	Migration* (%)
6	7	0.383	0.020	101.0	5.6
9	3	0.353	0.023	93.0	7.1
12	7	0.367	0.090	96.7	32.4
18	3	0.338	0.149	89.1	79.2
24	10	0.283	0.141	74.7	99.5
36	3	0.135	0.076	35.7	128.8
48	3	0.186	0.106	49.2	132.4

\* Amount in Back Section/Amount in Front Section×100

**Table 8.** Migration of CS<sub>2</sub> in 0.759mg Spiked Charcoal Tube by Air Volume (Recovery 100=0.759mg)

Air Volume (L)	No. of Samples	Total Amount (mg)	Amount in Back Section (mg)	Recovery (%)	Migration* (%)
6	4	0.760	0.000	100.2	0.0
9	2	0.693	0.000	91.3	0.0
12	6	0.738	0.033	97.3	4.8
18	2	0.784	0.075	103.4	10.6
24	6	0.758	0.198	99.9	35.4
36	2	0.743	0.258	97.8	52.3
48	2	0.734	0.338	96.8	85.4

\* Amount in Back Section/Amount in Front Section×100

**Fig. 5.** Migration of CS<sub>2</sub> in Spiked Charcoal Tubes by Air Volume.

다.

Hori 등은 활성탄에 흡착되는 유기용제를 포함  
하지 않은 공기를 활성탄관에 통과시켰을 때라도

과과시간이 증가하는 것은 공기 통과시 평형이  
증기상으로 이동해 활성탄관내 흡착 지역에 이미  
흡착되어 있던 유기용제 일부분이 이동하기 때문

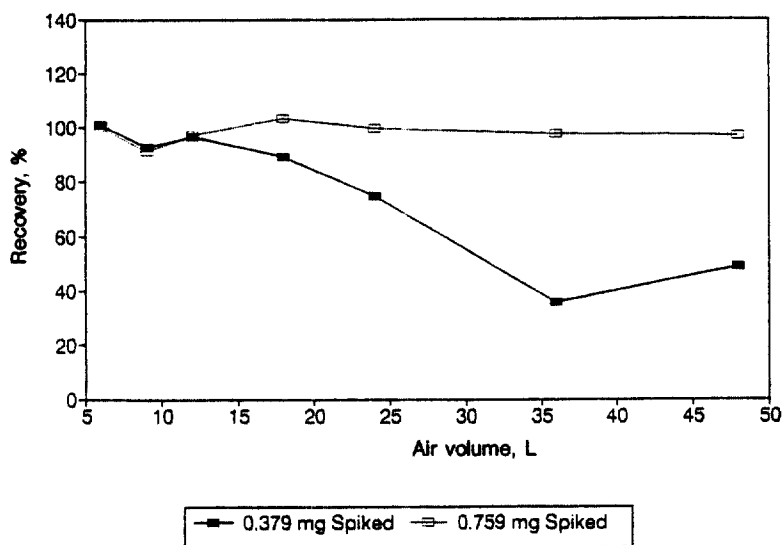


Fig. 6. Recovery of CS<sub>2</sub> in Spiked Charcoal Tubes by Air Volume.

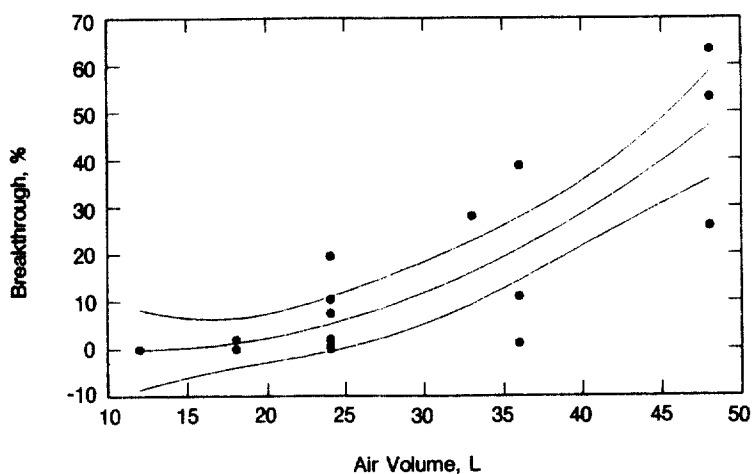


Fig. 7. Breakthrough with Air Volume.

Table 9. Breakthrough with Air Volume

Air Volume (L)	No. of Samples	Total Amount* (%) (Mean $\pm$ SD)	Breakthrough (%) (Mean $\pm$ SD)
12	5	105.5 $\pm$ 9.65	0.0 $\pm$ 0.00
18	3	94.2 $\pm$ 0.79	0.7 $\pm$ 1.12
24	9	93.9 $\pm$ 2.46	5.8 $\pm$ 5.23
36	3	93.9 $\pm$ 6.30	16.9 $\pm$ 19.47
48	3	79.1 $\pm$ 14.57	47.4 $\pm$ 19.39

\* Ratio : Amount in sample to the amount in the sample without breakthrough

이라고 보고하고 있다(Hori 등, 1992). 따라서 활성탄에 유기용제가 흡착된 다음에라도 공기채취용 펌프에 의한 공기흐름에 따라 활성탄관내에서 평형을 이룰 때까지 끊임없이 탈착, 흡착되는 운동이 일어난다고 볼 수 있다.

실험의 결과도 Hori 등의 결과와 일치한다. 활성탄에 이미 이황화탄소가 흡착한 상황에서 활성탄을 통과하는 공기량이 많아질수록 용제가 많이 탈착되어 활성탄관 뒷층으로 이동하였다. 통과시키는 공기의 유량이 0.05, 0.1, 0.2 Lpm일 때 같은 공기채취량에서 이동정도의 차이는 없었다. 공기를 통과시키는 시간이 증가함에 따라 이동하는 이황화탄소의 양도 증가하였다.

### 3. 시료채취시 파과현상

공기중 이황화탄소의 농도를 측정할 때 유량과 시료채취시간에 의한 파과현상을 측정하였다. 공기주머니의 농도가 10 ppm이 되도록 맞추었으나 반복 실험할 때마다 약간의 변이를 보였다. 반복 실험할 때의 변이를 제거하기 위해 실험결과상 파과가 일어나지 않은 시료를 선택하여 평균값을 구하고 이를 기준으로 파과가 일어난 시료의 총량을 백분율로 구했다.

#### 1) 공기채취량에 따른 파과

공기채취량에 따른 파과정도를 알아본 결과는

표 9와 그림 7이다. 공기채취량이 18 L가 되면 0.7%의 파과현상이 나타났고, 공기채취량이 증가함에 따라 그림 7에서 보는 바와 같이 파과량이 계속 증가한다. 48 L의 공기를 채취했을 때 47.4%의 파과가 나타났다.

포집된 이황화탄소의 회수율을 나타낸 것이 그림 8인데 공기채취량이 18 L일 때 파과가 일어나지 않은 시료의 94.2%이고, 공기채취량이 48 L일 때는 79.1%이었다. 공기채취량이 증가함에 따라 파과가 증가하였고, 회수율도 파과가 일어나지 않은 시료에 비해 떨어졌다. 즉 공기채취량이 증가하면 측정방법의 정확도가 떨어진다.

NIOSH method에서 권고하는 최대의 공기채취량 25 L에 가까운 공기채취량 24 L에서는 95%의 신뢰구간도 10% 이하의 파과가 나타났고, 포집된 이황화탄소의 회수율도 파과가 일어나지 않은 시료의 93.9%이므로 신뢰할 수 있는 작업환경 측정결과를 얻기 위해서는 공기채취량 25 L을 넘어서는 안 된다.

#### 2) 같은 공기채취량에서 유량이 파과에 미치는 영향

같은 공기채취량에서 유량이 파과에 미치는 영향을 파악하기 위해 공기채취량에 따른 파과율을 유량별로 나타낸 것이 그림 9이다. 같은 공기채취량에서 유량에 따른 파과율의 차이는 거의 없었다.

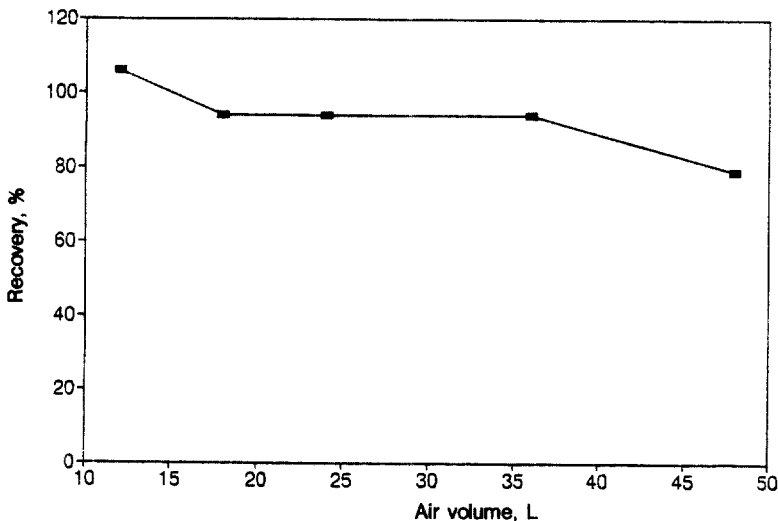


Fig. 8. Recovery by Air Volume.

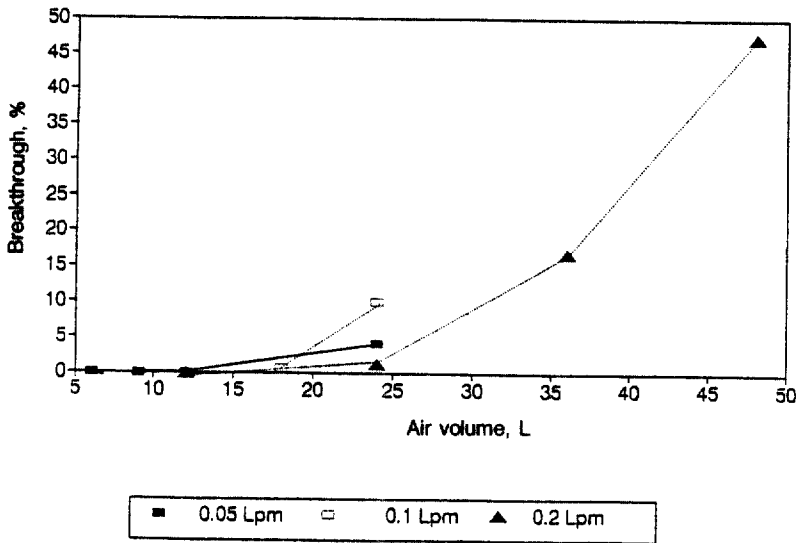


Fig. 9. Breakthrough by Flow Rate.

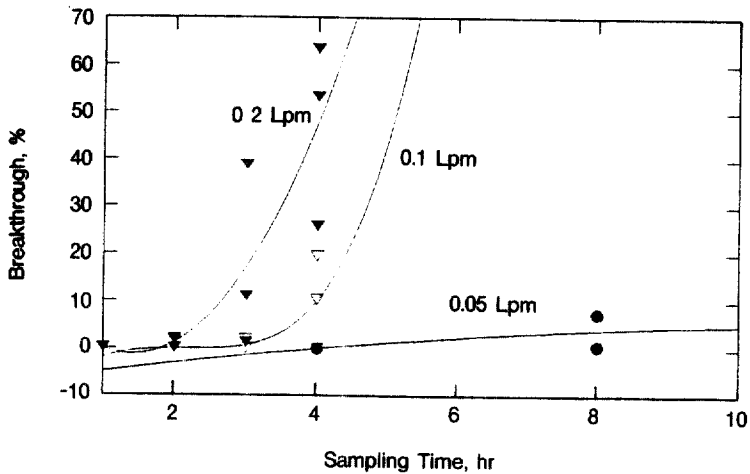


Fig. 10. Breakthrough by Sampling Time and Sampling Rate.

유기용제 시료채취시 활성탄과 용제가 충분한 반응시간을 갖도록 낮은 유량을 사용하도록 권고하고 있으나 시료채취에서 비교적 낮은 유량에 속하는 0.05, 0.1, 0.2 Lpm간에는 차이가 없었다.

### 3) 시료채취시간에 따른 파과

시료채취시간에 따른 파과현상을 살펴보면 그림 10과 같다. 0.05 Lpm으로 4시간 동안 시료를 채취했을 때는 파과가 일어나지 않았으나 8시간

동안 시료를 채취했을 때는 4.1%의 파과가 일어났다. 0.1 Lpm으로 시료채취시 3시간이 경과하면 0.6%의 파과가 일어났고 4시간이 경과하면 10%의 파과가 일어났다. 0.2 Lpm으로 시료채취시 2시간이 경과하면 1.3%의 파과가 일어났고 4시간이 경과하면 47.4%의 파과가 일어났다. 다른 시료채취 시간에서 0.05, 0.1, 0.2 Lpm에 따른 파과율의 차이가 상당히 컸다.

파과가 일어나지 않는 시료를 채취하기 위해서

는 가능한 낮은 유량에서 적절한 시간동안 채취를 해야 한다. 본 실험과 같은 조건에서는 0.05 Lpm으로 4시간 동안 시료를 채취하면 파파가 일어나지 않는다.

McCammon 등은 1.0 Lpm과 0.6 Lpm에서는 파파를 일으키는 공기채취량이 변하지 않는다고 보고하였다(McCammon 등, 1975). Peltonen은 유량과 시료채취 시간을 달리하여 파파율을 조사하였는데 공기중 이황화탄소 농도에 상관없이 0.02 Lpm으로 4시간 시료채취 했을 때 파파가 일어나지 않았다(Peltonen, 1989). 본 실험의 결과도 기존의 보고와 마찬가지로 공기중 이황화탄소 시료채취시 파파율은 공기채취량에 따라 증가하고 유량은 같은 공기채취량에서 파파에 영향을 주지 않았다.

Peltonen 실험에서 공기 채취량이 4.8-6 L일 때는 파파가 일어나지 않았으나, 공기채취량이 12 L였을 때는 파파가 일어났다. 본 실험보다 파파를 일으키는 부피가 줄어드는 것은 공기채취량을 감소시킨다고 알려진 공기중 수분의 영향을 제거하기 위한 제습제관을 활성탄관에 부착하지 않았기 때문이라고 생각한다.

파파가 일어나지 않는 이황화탄소 시료를 채취하기 위해서는 0.05-0.2 Lpm의 유량을 사용하되 공기채취량을 줄여야 한다. 습도가 높은 곳에서는 파파를 일으키는 공기채취량이 감소하므로 가능한 공기채취량을 줄여야 한다.

#### IV. 결 론

공기중 이황화탄소 농도를 정확하게 측정하기 위해 채취시 유량, 공기채취량에 따른 파파현상과 시료보관시 시간, 온도에 따른 안정성을 조사한 결과는 다음과 같다.

1. 시료를 상온(28℃), 냉장실(3.8℃), 냉동실(-15.6℃)에 5주 동안 보관하면서 1주 간격으로 분석한 결과, 상온에서 보관 1주째 앞층의 이황화탄소 3.5%가 활성탄 뒷층으로 이동하였고, 5주째 앞층의 57.7%가 이동하였다. 시간이 경과함에 따라 이동하는 양이 계속 증가하였다. 냉장보관한 시료는 2주째 앞층의 0.9%가 이동하기 시작

하여 5주째 앞층의 8.5%까지 이동하였다. 냉동보관한 시료는 뒷층으로 이동하지 않았다. 냉동시료와 비교하여 이황화탄소 회수율은 상온에서는 52-82%, 냉장에서는 92-101%였다. 상온보관한 경우 이황화탄소의 손실이 있었다.

2. 활성탄에 이황화탄소를 흡착시킨 다음 오염되지 않은 공기를 통과시킨 결과, 0.379mg과 0.759mg을 흡착시킨 활성탄관으로 6-48 L의 공기를 통과시켰을 때 뒷층으로 이동한 양은 각각 앞층의 5.7-132.4%, 0-92%였다. 회수율은 각각 35.7-101.0%, 91.3-100.1%였다. 같은 공기통과량에서 뒷층으로 이동하는 양은 유량에 영향을 받지 않았다. 공기통과 시간이 증가할수록 뒷층으로 이동하는 양이 증가하였고 같은 공기통과 시간에서 뒷층으로 이동하는 양은 유량이 클수록 빨랐다.

3. 공기 주머니를 이용하여 시료를 채취한 결과, 공기채취량이 24, 36, 48 L일 때 각각 5.8, 16.9, 47.4%의 파파가 일어났다. 47.4%의 파파가 일어난 시료의 회수율은 파파가 일어나지 않은 시료의 79.1%였다. 같은 공기채취량에서 0.05 Lpm, 0.1 Lpm, 0.2 Lpm의 유량에 따른 파파의 차이는 나타나지 않았다. 시료채취 시간이 증가할수록 파파가 많이 일어났고, 같은 시료채취 시간에서 유량이 클수록 파파가 많이 일어났다.

#### 참 고 문 헌

- 노동부 : 유해물질의 허용농도, 노동부 고시 제 91-21호, 노동부, 1991
- American Conference of Governmental Industrial Hygiene (ACGIH): *Documentation of the Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices*, Cincinnati, OH, ACGIH, 1991, 5th ed, 104-105
- Hori H, Tanaka I: *Adsorption Characteristics of Organic Solvent Vapor on Activated Carbon under Fluctuating Vapor Concentrations*, *Am Ind Hyg J*, 1992; 53: 347-351
- McCammon CS, Quinn PM, Kupel R: *A Charcoal Sampling Method and a Gas Chromatographic Analytical Procedure for Carbon Disulfide*, *Am Ind Hyg J*, 1975; 36: 618-624
- National Institute Occupational for Safety and Health (NIOSH): *Criteria for a Recommended Standard*

- Washington. DC, NIOSH, 1977
- NIOSH : *Documentation of the NIOSH Validation Tests*, Cincinnati, OH, DHHS (NIOSH) Pub, 1977, 77-185
- NIOSH : *Manual of Analytical Methods*, Washington, DC, DHHS (NIOSH) Pub, 1984, 3rd ed, 84-100
- Peltonen K : *Sampling and Determination of Carbon Disulphide in Air by Gas Chromatography with Electron-Capture Detection*, *Journal of Chromatography*, 1989 ; 464 : 422-427
- Rose VE, Perkins JL : *Passive Dosimetry—State of the Art Review*, *Am Ind Hyg J*, 1982 ; 43 : 605-621
- Saalwaechter AT, McCammon CS, Roper P, Carlberg KS : *Performance Testing of the NIOSH Charcoal Tube Technique for the Determination of Air Concentrations of Organic Vapors*, *Am Ind Hyg J*, 1977 ; 38 : 476-486