

## 석면 분석방법에 대한 고찰

함승헌 · 황성호 · 윤충식<sup>‡</sup> · 박동욱<sup>1</sup>

서울대학교 보건대학원 환경보건학과, 보건환경연구소

<sup>1</sup>한국방송통신대학교

### Review on asbestos analysis

Seung hon Ham · Sung Ho Hwang · Chungsik Yoon<sup>‡</sup> · Donguk Park<sup>1</sup>

*Department of Environmental Health, School of Public Health and Institute of Health and Environment,  
Seoul National University, Seoul, 110-799, Republic of Korea,*

*<sup>1</sup>Department of Environmental Health, Korea National Open University, Seoul, 110-791, Republic of Korea*

This document was prepared to review and summarize the analytical methods for airborne and bulk asbestos. Basic principles, shortcomings and advantages for asbestos analytical instruments using phase contrast microscopy(PCM), polarized light microscopy(PLM), X-ray diffractometer(XRD), transmission electron microscopy(TEM), scanning electron microscopy(SEM) were reviewed.

Both PCM and PLM are principal instrument for airborne and bulk asbestos analysis, respectively. If needed, analytical electron microscopy is employed to confirm asbestos identification.

PCM is used originally for workplace airborne asbestos fiber and its application has been expanded to measure airborne fiber. Shortcoming of PCM is that it cannot differentiate true asbestos from non asbestos fiber form and its low resolution limit (0.2~0.25  $\mu\text{m}$ ). The measurement of airborne asbestos fiber can be performed by EPA's Asbestos Hazard Emergency Response Act (AHERA) method, World Health Organization (WHO) method, International Standard Organization (ISO) 10312 method, Japan's Environmental Asbestos Monitoring method, and Standard method of Indoor Air Quality of Korea. The measurement of airborne asbestos fiber in workplace can be performed by National Institute for Occupational Safety and

Health (NIOSH) 7400 method, NIOSH 7402 method, Occupational Safety and Health Administration (OSHA) ID-160 method, UK's Health and Safety Executive(HSE) Methods for the determination of hazardous substances (MDHS) 39/4 method and Korea Occupational Safety and Health Agency (KOSHA) CODE-A-1-2004 method of Korea.

To analyze the bulk asbestos, stereo microscope (SM) and PLM is required by EPA -600/R-93/116 method. Most bulk asbestos can be identified by SM and PLM but one limitation of PLM is that it can not see very thin fiber (i.e., <0.25  $\mu\text{m}$ ). Bulk asbestos analytical methods, including EPA-600/M4-82-020, EPA-600/R-93/116, OSHA ID-191, Laboratory approval program of New York were reviewed. Also, analytical methods for asbestos in soil, dust, water were briefly discussed.

Analytical electron microscope, a transmission electron microscope equipped with selected area electron diffraction (SAED) and energy dispersive X-ray analyser(EDXA), has been known to be better to identify asbestiform than scanning electron microscope(SEM). Though there is no standard SEM procedures, SEM is known to be more suitable to analyze long, thin fiber and more cost-effective. Field emission scanning electron microscope (FE-SEM) imaging protocol was developed to identify asbestos fiber.

접수일: 2009년 5월 28일, 채택일: 2009년 9월 7일

<sup>‡</sup> 교신저자: 윤충식(서울특별시 종로구 연건동 28번지 서울대학교 보건대학원,  
Tel:02-740-8883, Fax:02-745-9104, E-mail:csyoon@snu.ac.kr)

Although many asbestos analytical methods are available, there is no method that can be applied to all type of samples. In order to detect asbestos with confidence, all advantages and disadvantages of each instrument and method for given sample

should be considered.

Key Words : Asbestos, Analysis, PCM, PLM, Risk, TEM, SEM

## I. 서론

최근 우리나라에서 석면으로 인한 위험성이 사회적 이슈가 되고 있다. 석면의 노출은 크게 네 가지로 분류할 수 있는데, 첫째는 직업적 노출로, 작업자가 석면을 직업적으로 취급하면서 노출될 수 있는 경우이다. 직업적 노출은 가장 고농도로 노출될 수 있으며 과거에 주로 문제되었던 석면의 질병은 직업적 노출에 기인하였다. 현재 직업적 노출로 가장 문제가 될 수 있는 것은 건축물의 해체 철거과정에서의 노출을 들 수 있다. 둘째는 석면 포함물질로부터 비산되는 석면으로부터 일반 시민이 노출되는 경우이다. 우리나라에서도 지하철, 건물 해체 철거 과정에서 일반 환경으로 비산되는 석면의 노출가능성에 대한 이슈가 끊임없이 제기되고 있다. 셋째는 자연적으로 존재하는 석면에 노출되는 경우로 주로 석면이 포함된 광물이 존재하는 지역주민의 노출이다. 우리나라에서도 지질학상 자연적으로 석면이 존재함이 밝혀졌고 과거에는 석면광산이 존재하기도 하였다. 넷째는 석면의 비의도적 사용으로 인한 노출이다. 예를 들어 석면이 함유된 탈크를 원료로 하는 베이비파우더, 의약품 등이 이에 해당된다. 그러나 자연적으로 존재하는 광물이나 비의도적 사용제품인 탈크, 또는 탈크가 함유된 제품에서는 건강에 영향을 주는 섬유가 석면형태로 존재하는지가 더 논란이 된다. 석면의 노출을 심각하게 다뤄야 하는 이유는 석면의 유해성이 커서 폐암, 중피종, 석면폐를 비롯한 많은 암이 이미 보고되었고, 많은 나라와 기관에서 석면을 발암성 물질로 규제하고 있기 때문이다.

우리나라에서 최근에 석면에 대한 논란이 끊이지 않는 이유는 여러 가지로 해석할 수 있는데 네 가지의 문제가 해결이 되지 않는 것이 큰 이유라고 생각한다. 첫째는 석면의 유해성(hazard)과 위험도(risk)를 명확히 구분하지 않기 때문이다. 유해성은 어떤 인자가 가지고 있는 고유한 독성학적 성질 그 자체를 의미하고, 위험도란 그 유해성에 노출되었을 때 악영향이 발생할 확률로서 정의할 수 있다. 석면의 경우를 이에 대입하여보면 석면의 유해성은 이미 잘 알려져 있으며 명확한 인체 발암성 물질이다. 석면의 위험도란 발암성 물질이라는 유해성이외에 이 물질에 노출되는 정도 즉, 노출 경로, 노출 농도, 노출 기간 등 인자가 더 추가되어 위험도가 결정된다. 더불어 일반 시민들이 느끼는 위험도는 위와 같이 과학적으로 설명되는 위험도와 더불어 시민의 인지도, 분노

까지도 포함할 수 있다. 현재 우리나라에서 석면 문제가 논란이 되는 축 중의 하나는 전문가들이 유해성과 위험성을 구분하지 않고, 모두 석면의 유해성만을 강조하여 발표하고 있는 것이 큰 이유 중 하나인데 시민들은 이를 구분하지 않고 하나의 개념으로만 받아들인다. 둘째는 의사소통의 문제이다. 전문가와 전문가, 전문가와 정부, 전문가와 시민, 정부와 시민사이의 위험도 소통이 원활히 되고 있지 못하다. 전문가 내부에서도 제대로 논의가 되지 않은 석면의 정의, 유해성과 위험성을 구분하지 않는 언론, 1차 분석기관에 대한 맹목적인 믿음이나 불신 등이 이러한 문제를 더욱 어렵게 하고 있다. 셋째는 석면에 대한 정의문제이다. 본문에서 언급하겠지만, 석면을 다른 화합물처럼 쉽게 정의내릴 수는 없다. 선진국에서도 논란이 계속되고 있는 문제이나 우리나라와는 문제의 성격이 다르다. 예를 들어 미국에서는 석면에 대하여 여러 가지 측면에서 정의에 대하여 끊임없이 논의하며 한 가지 정의를 내리지 못하지만 각 이해당사자의 입장에서 석면의 정의를 논의하고, 또 한계점을 지적하여 보다 나은 정의를 만들고자 노력한다. 하지만 국내에서는 제대로 석면에 대한 정의를 내리려고 노력한 적이 없는 것 같다. 넷째는 석면의 분석방법이 한가지로 확립되고 있지 못하다는 점이다. 이는 석면의 정의와 맞물려 있기도 하다. 석면의 분석방법은 석면이 존재하는 매트릭스 즉, 공기, 토양, 먼지, 물, 건축자재, 텍스 등 종류별로 다르며, 규제기관도 기관마다 다르다. 예를 들어 미국 환경보호청(US Environmental Protection Agency; EPA), 미국국립산업안전보건연구소(US National Institute for Occupational Safety and Health; NIOSH), 산업안전보건청(US Occupational Safety and Health Administration; OSHA), American Society of Testing Materials(ASTM), 세계보건기구(World Health Organization; WHO), 국제 표준기구(International Organization for Standardization; ISO) 영국의 HSE(Health and Safety Executive) 등을 들 수 있다.

분석기기도 매우 다양하여 위상차현미경(Phase Contrast Microscopy; PCM), 편광현미경(Polarized Light Microscopy; PLM), X-선 회절분석기(X-ray Diffractometer; XRD), 투과전자현미경(Transmission Electron Microscopy; TEM), 주사전자현미경(Scanning Electron Microscopy; SEM), Electron Probe Micro Analyzer (EPMA), Imaging or Reflectance Spectroscopy, Raman Spectroscopy, Mössbauer Spectroscopy 등이 있는데 주로 앞의 5개 기기가 이용된다. 국내에서는 PCM과 PLM의 분석이 주로

이루어지고 있고, TEM과 SEM은 극히 제한적으로 사용되고 있다. 본 논문에서는 위의 네 가지 문제 중 석면의 분석방법을 공기중 시료 분석과 고형시료중 시료 분석으로 구분하여 국내외의 분석방법에 대한 고찰을 하였다.

## II. 방 법

석면 분석방법에 대한 각 기관의 공정시험법을 참조하였고, 분석방법에 대한 관련논문을 검색하였다. 주로 미국의 EPA, OSHA, NIOSH, WHO, 영국의 HSE, 우리나라 환경부 및 국립환경과학원, 노동부 및 산업안전보건공단의 웹사이트에서 해당 공정시험법을 다운로드 받았고, 기타 저널은 온라인의 자료검색엔진인 science direct를 통하여 하였다.

각각의 분석방법의 내용이 방대하여 분석의 특정 기술적인 면이나 절차는 본 논문에서 기술하지 않았고, 분석방법의 특징, 장단점, 그리고 한계를 중심으로 고찰하였다. 이 연구의 전반부는 각 방법에서 공통적으로 사용되는 기기의 장단점을 기술하였고, 다음으로 공기중 석면분석, 고형시료중 석면 분석 부분을 고찰하였다. 그림 1은 공기중 석면과 고형시료중 석면분석방법의 변천을 표시한 것이다. 토양석면시료나 먼지, 물중의 석면시료는 전처리가 다르므로 별도로 분리하였다.

## III. 석면 분석에 사용되는 주요 기기

분석기기중 SEM, TEM은 공기중 시료와 고형시료, 위상차 현미경은 주로 공기중 시료 그리고 편광현미경과 XRD는 주로 고형시료 분석에 사용된다. 입체현미경은 고형시료 분석에 필수적으로 사용되는 기기이나 원리가 간단하여 따로 고

찰하지 않고 고형시료 분석부분에 언급하였다.

### 1. 위상차 현미경(Phase Contrast Microscopy: PCM)

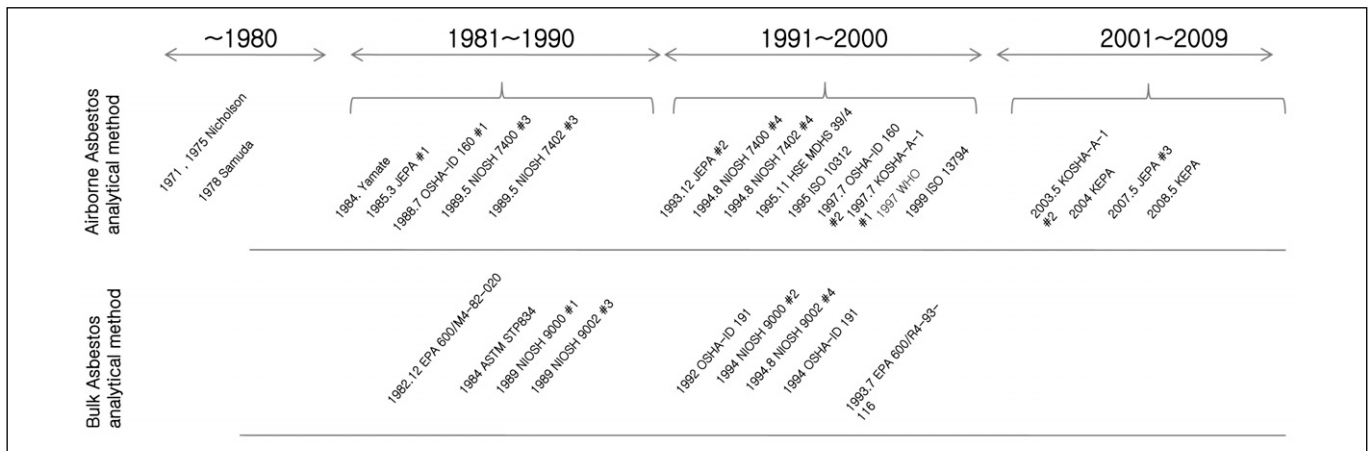
위상차현미경은 일반적으로 공기중 석면을 분석하는데 가장 널리 쓰이는 현미경이다. 위상차현미경을 이용한 분석 방법에는 NIOSH 7400(NIOSH, 1994<sup>\*)</sup>), HSE MDHS 39/4(HSE, 1995), OSHA-ID160(OSHA, 1997), WHO(WHO, 1997), KOSHA CODE A-1-2004(한국산업안전보건공단, 2004), 일본 환경성 석면모니터링매뉴얼(일본 환경성, 2007), 한국 환경부 실내공기질 공정시험기준(환경부, 2008)등이 있다.

위상차현미경의 원리는 다음과 같다. 즉, 환경의 초점이 맞추어진 빛이 석면섬유에 부딪히면 빛은 대물렌즈를 통과하는 빛과 산란된 후 대물렌즈를 통과하는 빛으로 된다. 대물렌즈를 통과한 빛은 대물렌즈의 위상판에 의해 1/4 파장만큼 차이가 나는 빛으로 변경되고 산란된 빛은 위상차 없이 통과되어 이 두 빛이 합쳐질 때 생기는 간섭현상에 의해 석면 섬유가 보이게 된다.

대부분의 분석방법이 시료채취에 셀룰로스 에스테르(Mixed cellulose ester membrane; MCE) 막 여과지를 사용하고, 전처리시 Acetone-Triacetone을 사용한다. 길이는 5  $\mu\text{m}$  이상, Aspect Ratio(AR)가 3:1을 초과하는 섬유를 400-600 배 확대하여 계수하며, 농도를 fiber/cc 또는 fiber/ml로 표현한다. 섬유의 최소 폭(width)은 방법마다 다르게 설정하고 있다. 현미경상의 눈금자는 지름이 100  $\mu\text{m}$ (면적, 0.00785 mm<sup>2</sup>)인 Walton-Beckett graticule을 이용하여 관찰하는 시야를 통일시켰다.

PCM이 표준화된 방법으로 사용되게 된 것은 석면으로 인한 질병의 발생을 감소시키기 위하여 상업적으로 사용되는 석면의 공기중 농도를 모니터링하고, 관리하기 위한 것이어서 굳이 석면과 비석면의 구별이 필요하지 않았다(Lee et. al., 2008). 이런 작업장에서 발생하는 일정크기 이상의 섬유는

Figure 1. Development of airborne asbestos and bulk asbestos analytical method.



모두 석면으로 간주되었기 때문이다. PCM에서 사용하는 AR 3:1의 기준은 석면 섬유에 대한 과학적 근거나 독성학적으로 중요한 기준이라기보다는 분석에 통일성을 주기 위한 것이었다.

일본 환경성 방법에서는 위상차 현미경에 의해 섬유상으로 보이는 입자를 계수한 다음에 현미경의 위상차 장치를 해제한 후 생물현미경으로 바꾸어 동일한 시야에서 다시 섬유상의 입자를 계수하여 위상차 현미경과 생물 현미경의 계수 섬유수의 차이가 석면(백석면)의 섬유 수라고 하였다(일본 환경성, 2007)

## 2. 편광현미경 (Polarized Light Microscopy, PLM)

고형석면분석은 주로 PLM으로 빛이 한쪽 방향으로 투과하는 편광을 이용하여 투과되는 유기 및 무기물질의 광학적 성질을 이용하여 관찰하는 기기로써 시료인 박편을 사이에 두고 상하부의 편광판을 통해 빛이 투과하면 한 방향으로만 진동하게 되며 2개의 편광판에 의한 빛의 굴절에 따라 물질 특성 및 성분을 구별하는 방법이다. 즉, 광학상의 특징들을 기초로 석면의 종류를 알아낸 다음 고형시료에 포함된 석면의 상대적인 양을 측정한다. PLM 분석법은 섬유의 형태(morphology)를 보면 석면과 비석면을 구분 할 수 있다.

시료에 대한 석면검출유무를 섬유의 형태, 굴절률, 다색성, 복굴절, 소광특성, 신장율 부호, 분산염색의 7가지 특징들의 일치유무를 통해 석면을 검출할 수 있어 분석결과가 신뢰할 만하다는 장점이 있지만(EPA, 1993; NIOSH, 1994<sup>a</sup>). 고형시료에 포함된 석면의 정량은 부피나 면적 단위(%)로 평가하며, PLM분석자는 함유량이 몇 %인지 육안으로 알 수 있을 때까지 많은 연습을 필요로 하기 때문에 숙련도가 요구되며 날개의 석면섬유( $0.2 \mu\text{m}$ 이하의 섬유)를 볼 수 없다는 단점이 있다(Millette, 2006).

PLM은 육안으로 관찰된 석면의 무게 퍼센트와 꼭 일치하지는 않는다. 모든 고형물질이 유사한 밀도를 가질 때 부피 단위(%)는 무게단위(%)와 유사한 값을 가지게 된다. 규정상 석면이 1% 이상 검출이 되면 석면포함물질로 간주되기 때문에 석면의 정확한 무게단위(%)는 크게 중요하지 않다. 대부분의 오래된 건축자재 (단열재, 보온재, 흡음재 등)에는 석면이 1% 이상 포함이 되어있다(Millette, 2006).

석면의 함량이 낮은 수준의 물질의 경우, 매트릭스 감소(matrix reduction) 방법을 사용할 수 있다. 이 방법은 가연성 물질을 태워 없애거나, 산에 용해되는 물질은 산을 이용해 용해하여 없애고, 밀도차가 있는 것은 밀도에 의해 분리하여 미량의 석면섬유를 쉽게 검출하기 위해 사용된다. 전자현미경 역시 함량이 낮은 미량의 석면을 정량검출 하는데 사용이

된다. EPA-600/R-93/116, NIOSH 9002, OSHA ID-191, ASTM 과 ISO 그리고 ELAP Item 198.4 방법은 모두 미량의 석면함유량을 가진 물질에 대해 matrix reduction법과 전자현미경법을 이용하라는 내용이 포함되어있다(EPA, 1993; NIOSH, 1994<sup>c</sup>; OSHA, 1994; ISO, 1995; New York State Department of Health<sup>b</sup>, 2006) .

포인트 카운트 방법은 두 가지 결점이 보고되고 있는데 첫 번째는 고형시료 자체가 비 균질성 시료인데 실제 시료는 균질화 함으로써 원래 시료의 조성을 제대로 반영하지 못하는 점이고, 두 번째는 균질화 과정에서 비석면 입자, 또는 석면 뭉치가 갈라져 나올 경우 더 많은 섬유가 발생할 수 있다는 점이다(Santee and Lott, 2003).

## 3. 투과전자현미경 (Transmission Electron Microscopy: TEM)

TEM을 이용한 공기중 석면을 동정하는 방법에는 NIOSH 7402, EPA Level II AHERA, ISO 10312, 한국 실내공기질공정 시험기준, 일본 환경성 석면모니터링매뉴얼 등이 있다.

TEM을 이용한 고형시료 분석방법은 대개 단독으로 되어 있기 보다는 편광현미경과 같이 사용하도록 하고 있는데 EPA-600/R-93/116, OSHA ID-191, ISO 10312 등이 있다.

TEM은 전자기 코일이 렌즈 역할을 하며, 광원은 높은 진공 상태( $1 \times 10^{-4}$  이상)에서 고속으로 가속되는 전자선이다. 전자선이 표본을 투과하여 일련의 전자기장 또는 정전기장을 거쳐 형광판이나 사진필름에 초점을 맞추어 투사된다. TEM은 80-120 kV를 이용하여 100,000 배까지 확대가능하며 10 nm의 분해능을 가지고 있다. 이 방법에서는  $0.02 \mu\text{m}$ (20 nm)까지 분석이 가능하다(Millette, 2006, Lee et. al., 2008).

TEM으로 분석하고자 할 때는 PC(Polycarbonate), MCE 여과지, Cellulose Nitrile 여과지 등으로 시료를 채취한다. 채취한 여과지는 아세톤이나 메틸포름아미드/초산 증기로 투명화시킨다. 플라스마 에칭기구를 이용하여 여과지의 맨 윗부분을 에칭시켜 석면 섬유 매트릭스의 replica를 만든다. 이 석면 섬유 매트릭스를 진공 증발기를 이용하여 탄소로 얇게 코팅하고, 이 코팅된 여과지의 일부를 다시 잘라서 일정한 크기의 구멍이 있는 TEM grid에 올려놓는다. 여과지의 아래 나머지 부분을 Jaffe Washer를 이용하여 여과지는 녹여서 없애고 아세톤 증기로 grid에 붙게 만든다. 그렇게 한 다음 TEM으로 분석하는데 전자선 회절을 보기 위하여 얇은 금박도금이 되어있는 TEM grid에 입자를 올려놓는다. 그 다음 석면의 구조(structure)를 계수한다(Yamate et. al., 1984). TEM 으로 분석할 때 먼저 250~1,000배 정도의 저배율로 형태를 관찰한 다음 15,000~20,000배율로 확대하여 결정구조와 화학적 조성을

결정한다.

TEM을 이용하여 석면을 동정할 때는 섬유 형태뿐 아니라, 석면의 결정구조를 파악하기 위하여 Selected Area Electron Diffraction (SAED)를 사용하고, 화학적 조성을 알기 위하여 X 선 분산분광법(Energy Dispersive Spectroscopy;EDS) 또는 Energy Dispersive X-ray Analysis( EDXA) 을 사용한다. SAED와 EDS가 장착된 TEM을 AEM(Analytical electron microscopy)라고 한다. TEM은 확대율과 해상력이 뛰어나 광학현미경으로 관찰할 수 없는 작은 구조도 볼 수 있다(Millette, 2006, Lee et. al., 2008). TEM 분석방법은 매우 가는 석면섬유(0.02  $\mu\text{m}$ )도 동정이 가능하다. 백석면이나 각섬석 계통의 결정구조가 TEM으로 잘 구별이 된다. EDX와 같이 사용되면 5가지 각섬석 계통의 석면도 잘 구별할 수 있다. TEM 분석을 할 때 5  $\mu\text{m}$ 이하의 작은 섬유보다 가늘고 긴 섬유를 분석할 때 더 오차가 발생할 수 있으며, 10  $\mu\text{m}$ 이상의 것은 그리드에 걸쳐 있어 총 길이 측정이 어렵다. 따라서 TEM으로 매우 가늘고 긴 섬유를 측정할 때는 배율을 작게 하였다가 크게 하였다가 하는 번거로움이 따른다. 이런 경우는 디지털 이미지를 할 수 있는 SEM이 유리하다(Perry, 2004; Millette, 2006; Lee et. al., 2008).

#### 4. 주사전자현미경 (Scanning Electron Microscopy: SEM )

SEM은 TEM과는 다르게 전자가 표본을 통과하는 것이 아니라 초점이 잘 맞추어진 전자빔을 표본의 표면에 주사하고, 주사된 전자선이 표본의 한 점에 집중되면 일차전자만 굴절되고 표면에서 발생한 이차전자가 검파기에 의해 수집된다. 그 결과 생긴 신호들이 여러 점으로부터 모여들어 음극선관에 상을 형성하는 원리를 이용하는 것이다. 즉, 전자빔을 시료 위에 주사시켜서 시료로부터 튀어나온 2차 전자를 모아서 검출한 후 여러 가지 복잡한 기계장치를 거친 후 영상화시키는 현미경이다. 검출기(Scintillator)로 검출된 2차 전자는 광전 증배관으로 운반되어 여기서 신호가 증폭된 후 다시 영상증폭기에서 영상신호 증폭을 거친 후 관찰하게 된다. SEM의 특징은 초점이 높은 심도를 이용해서 비교적 큰 표본을 입체적으로 관찰할 수 있다는 것이다. TEM은 얇은 시편(60 nm 정도)을 빔이 투과하여 관찰하므로 2차적인 또는 단면적인 구조를 나타내지만 SEM은 시료 위를 주사된 상을 관찰하므로 3차원적인 입체상을 관찰할 수 있다(Millette, 2006).

SEM에 사용되는 파장인 10-40 keV의 전자빔은 가시광선보다 작아 PLM보다 좋은 분해능을 얻을 수 있다. EDX와 같이 결합한 SEM은 입자의 원소구성성분을 결정하는데 사용된다. 전이 전자궤도에서 방출되는 X-ray를 모아서 분류하

고, 각 에너지 준위에 따라 동정하여 1% 이상의 시료 성분의 화학적 조성을 반정량적으로 할 수 있다(ELAP method). 이 방법은 시료 중 1%이상의 성분 에 대해 반정량적인 구성성분은 확인하지만 결정구조는 확인하지 못한다. SEM은 결정구조를 판단할 수 없어 화학적 구조가 유사한 비석면 형태를 석면으로 판단할 가능성이 있어 비석면섬유가 석면으로 잘못 동정될 수 있는 분석오류를 일으킬 수 있다. 이런 단점으로 인해 SEM방법은 고품석면시료분석에 있어서 일반적인 방법으로 사용되고 있지 않다(Perry, 2004; Millette, 2006; Lee et. al., 2008).

1987년에는 EPA의 AHERA 방법에서 TEM을 사용하도록 규정하였을 때 SEM은 빌딩에 석면이 없는지를 결정하는데 부적절한 것으로 결정하였다. 그 이유는 첫째, 분석법을 제정할 당시 석면섬유를 분석하는데 이용가능한 방법이 검증되지 않았고 둘째, SEM은 특정섬유의 결정구조를 확인하는데 제한이 있었다. 셋째, 이미지 대비가 SEM의 종류마다 달라 표준화하기 힘들며, 마지막으로 SEM을 이용하는 실험실에 대한 인증프로그램이 없기 때문이라고 하였다(Millette, 2006). AIA(Asbestos International Association)의 프로토콜에서 사용되고 있는 SEM 방법은 석면의 어떤 성분을 검사하는데 내재적인 어려움이 있다고 하였다. 현재도 SEM사용에 대한 표준방법이 설정되어 있지 않으며 정도관리프로그램도 없다. 그러나 OSHA ID-160방법과 ISO 14966방법에서 SEM 방법에 대한 언급이 있다(OSHA, 1997; ISO, 1999).

SEM을 사용하는 방법에는 AIA(Asbestos International Association)이 있고, SEM방법에 대해 단순히 언급하고 있는 방법은 영국 HSE MDHS 87, 독일 VDI 3492, 한국 실내공기질 공정시험기준, 일본 환경성 석면모니터링매뉴얼 등이 있다. SEM은 EDXA(Energy Disperse X-ray Analysis)를 탑재하여 섬유상물질의 형태, 화학구조 등을 통하여 석면의 존재 여부를 확인할 수 있다. 그러나 결정구조를 알 수 없다는 단점이 있어 신뢰도가 낮아진다.

OSHA ID-160에는 PCM으로 분석 시 석면의 구별이 어렵기 때문에 SEM 또는 TEM으로 석면동정을 해야 한다고 권장하고 있으며 (OSHA, 1997), 한국 환경부 실내공기질공정시험기준에서는 위상차현미경법을 주 시험방법으로 하고, 석면 판독이 불가능한 경우 TEM이나 SEM을 이용하여 결정하도록 하고 있다(환경부, 2008). 또한 일본 환경성 석면모니터링매뉴얼에는 광학현미경의 측정 결과에 대해 확인이 필요한 경우 SEM(+EDX)를 이용하여 섬유를 계수함과 동시에 섬유의 구성성분을 확인하여 석면의 종류와 양을 식별하도록 하고 있다. 동시에 TEM과 분산염색법도 광학현미경을 보완하기 위하여 사용된다(일본 환경성, 2007). TEM에 비해 SEM의 전처리가 간단하고 최근에는 고 분해능 FE-SEM(field

emission SEM)이 사용되어 석면 동정에 응용되고 있고 3차원 이미지를 만들어 석면형태와 비석면 형태를 구분하는데 응용할 수 있다(Lee et. al., 2008).

## 5. XRD 방법

결정형 입자에 X-ray를 쏘이면 특별한 회절 현상이 나타난다. 결정격자의 공간적 배치와 방향성에 따른 회절 형태의 특징은 주사되는 X-ray 빔과 주사각을 조절하면 결정의 동정에 사용될 수 있다(EPA, 1993).

XRD방법은 광물학에서 신뢰할만한 도구로 사용되는데 장점으로는 백석면인 경우 검출한계가 2  $\mu\text{g}$  정도로 낮다고 보고되었다. 시료에 따라 1%가 검출한계가 될 수도 있다(Lange and Haartz, 1979; Pulleda and Marconi, 1990). 그러나 고형시료에서 석면분석을 할 때는 다음과 같은 이유로 가음성이나 가양성의 결과를 줄 수 있는 단점이 있다. 첫째 XRD는 동정된 광물의 형상을 결정할 수 없어서 석면을 비석면형태와 구별할 수 없다. 예를 들어 백석면과 lizardite, crocidolite와 riebeckite를 구별하지 못한다. 둘째, XRD는 다섯 가지 각섬석의 석면을 일관성 있게 분별하지 못하고 정량화하기가 어렵

다. 셋째 몇 가지 물질은 석면피크의 동정에 사용되는 회절 피크를 발생시켜 정확한 분석을 방해한다(OSHA, 1997; Lee et. al., 2008). 이와 같은 특성에 따라 XRD는 단독으로 고형석면시료분석에 사용되기 보다는 다른 방법의 보조적 방법으로 사용된다.

## IV. 공기중 석면 시료의 채취 분석

공기 중 시료를 분석하는 방법은 일반 대기중 석면 섬유를 분석하는 방법과 작업장의 공기중 석면 섬유를 분석하는 방법으로 구분할 수 있는데 전자는 미국 EPA의 AHERA방법, WHO, ISO 10312 방법, 일본 환경성의 환경성 석면 모니터링 매뉴얼상의 방법, 한국 실내공기질 공정시험기준이 있고, 후자는 미국 NIOSH 7400방법 및 7402방법, OSHA의 ID-160방법, 영국 HSE의 MDHS 39/4, 한국 산업안전보건공단(KOSHA)의 CODE-A-1-2004방법이 있다(NIOSH 1994<sup>a</sup>; HSE, 1995; OSHA, 1997; WHO, 1997; 한국산업안전보건공단, 2004, 일본 환경성, 2007; 환경부, 2008).

공기 중 석면의 계수 분석에 있어서 가장 많이 쓰이는 방법

Table 1. Some characteristics of PCM, TEM and SEM for Asbestos fiber analysis

	Advantage	Disadvantage
PCM	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Inexpensive</li> <li>2. Relatively simple.</li> <li>3. Quicker than electron microscopy in analyze.</li> <li>4. Analysis can be performed on site.</li> <li>5. Can provide risk estimation to examine the health effects caused by asbestos</li> <li>6. PCM has historical epidemiological studies</li> <li>7. Destroying of sample is lower</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Could not distinguish between asbestos and non-asbestos because PCM identifies morphology</li> <li>2. Hard to determine the types of asbestos</li> <li>3. Chain-like particles appear fibrous when using PCM</li> <li>4. Lower resolution than electron microscopy</li> <li>5. Could miss smaller fibers</li> <li>6. Easy to confuse when asbestos exists with non- asbestos such as fiberglass</li> <li>7. Hard to apply to highly concentrated environment</li> </ol>
TEM	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Could identify morphology, chemical structures, crystal structure.</li> <li>2. Could identify very fine and short fibers that could not classify in PCM</li> <li>3. Low detection limit</li> <li>4. Available to low concentration in environmental sample</li> <li>5. Widely accepted than SEM</li> <li>6. Cheaper than SEM</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. It is hard to compare directly in the results because of the previous epidemiology study that used by PCM.</li> <li>2. More complex in sample preparation (reproducibility)</li> <li>3. Probability to destroying of sample is relatively higher</li> <li>4. Long time to preparation</li> </ol>
SEM	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Can identify chemical composition</li> <li>2. Higher resolution than TEM</li> <li>3. Simpler sample preparation than TEM</li> <li>4. Lower detection limit</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Hard to identify crystal structure</li> <li>2. More expensive than TEM</li> <li>3. Not required by any governmental regulations</li> </ol>



은 PCM을 통한 방법이다. PCM을 이용하여 AR이 3:1 이상인 경우 석면으로 규정하고, 섬유상 입자가 몇 개 있는지 계수를 하며, 직선인지 곡선인지에 따라서 석면원석의 계열을 분류하여 다발로 존재하는지 등을 확인한 후 종합하여 판단한다. PCM을 이용한 석면분석은 전처리가 간편하기 때문에 빠른 분석이 장점이다. 그러나 AR을 이용하여 섬유를 구별하고 분석하기 때문에 비석면섬유와 석면섬유를 구별하지 못하는 단점이 있다. 이와 같은 단점을 보완하기 위해서 TEM 또는 SEM을 이용하여 섬유의 화학적 특성, 결정형 등의 물리적 특성을 분석하여 석면인지 아닌지를 구별한 후, 석면의 종류를 동정하는 방법이 사용되고 있다. TEM을 이용하면 섬유상 입자의 형태, 구성원소, 결정형 등을 알 수 있으며, SEM을 이용하면 일부 섬유상 입자의 형태, 구성원소 등을 알 수 있다.

## 1. 공기중 석면 시료 채취

공기중 시료를 채취하기 위하여 사용되는 여과지는 각 분석방법에서 지정한 전처리 방법과 분석기기의 특성에 의존한다. 공기중 시료를 채취하기 위하여서는 직경 25 mm, 혹은 37 mm의 셀룰로스 에스테르 (mixed cellulose ester; MCE) 여과지나 폴리카보네이트(polycarbonate; PC) 여과지를 사용하여 오픈페이스로 개구면이 아래를 향하도록 하여 시료를 채취한다. 개인 시료는 호흡위치에서 채취하여야 하며 펌프는 시료채취전후로 유량보정을 한다. 미국 OSHA 및 NIOSH에서는 25 mm 직경, 50 mm의 전도성 카울이 있는 3 piece cassette를 사용하도록 하고 있고 이 카세트의 전기전도성을 확보하기 위하여 재사용을 금지하고 있다. 공기채취량은 비석면입자가 과잉 포집되지 않도록 하여야 하는데 OSHA는 공기중 입자상 물질이 육안으로 보일 정도로 먼지가 많은 석면제거 사업장은 100 L의 공기를, 먼지가 적은 석면제거 사업장은 240 L의 공기를 채취하도록 하고 있고, 사무실 환경에서는 400~2400 L의 공기를 채취하도록 권고 하고 있다. 시료채취 후 바로 카세트 뚜껑을 밀봉하여야 하며 운반 시 정전기를 줄 수 있는 팽창된 폴리스티렌 포장지, 절단된 종이, 포장용 대패밥 등을 사용하지 말아야 한다(OSHA, 1997). NIOSH 7400 및 7402 방법에서는 개인시료 채취 할 때는 공극이 0.8  $\mu\text{m}$ 되는 MCE 여과지를 사용하고, TEM 분석을 할 때는 0.45  $\mu\text{m}$ 의 MCE 여과지를 추천하도록 하고 있으나 후자는 개인시료채취펌프의 압력강하를 가져와 개인시료채취가 제한된다. 공기채취량은 일반적인 작업조건에서 1~4 L/분으로 8시간동안 시료를 채취하도록 하고 있으며 기본적으로는 0.1 f/cc 인 환경에서 400 L의 공기량을 채취하도록 하고 있고 먼지가 과잉 포집되지 않도록 하여야 한다. 고농도의 비상노출 시에

는 7~16 L/분으로 짧은 시간동안 시료채취할 수 있으며 0.1 f/cc보다 훨씬 농도가 낮은 조건에서는 3000~10000 L의 공기를 채취하도록 하고 있으나 이 경우도 먼지가 여과지의 50% 정도를 덮을 정도로 과잉포집 되어서는 안 된다. NIOSH 및 OSHA에서 시료채취시간과 유량은 위처럼 구분하기도 하였으나 이는 분석이 잘 되도록 여과지상에서 석면섬유가 100~1300 f/mm<sup>2</sup>이 되도록 하기위한 것이다(NIOSH, 1994<sup>a</sup>).

1997년 발표된 WHO 방법도 PCM을 이용한 것으로 시료채취는 0.8~1.2  $\mu\text{m}$  공극을 가진 25 mm 여과지를 전기전도성이 있는 카세트에 장착하여 0.5-16 L/분으로 하되 여과지상의 섬유 농도가 100~650 f/mm<sup>2</sup>가 되도록 하고 있다(WHO, 1997).

환경부에서는 공기중 시료채취 시 직경 25 mm 또는 47 mm의 공극이 0.8~1.2  $\mu\text{m}$ 인 셀룰로오스 에스테르 (또는 셀룰로오스 나이트레이트제) 여과지를 사용하여 지상 1.5 m 되는 위치에서 10 L분 정도의 흡인유량으로 1시간 채취한다(환경부, 2008). 환경부에서는 석면 해체 제거 작업장에서의 시료채취를 작업 전에 1개 시료, 작업 중에 7개 이상(위생설비 입구 1개, 작업장 주변 실내 2개 이상, 작업장 주변 실외 2개 이상, 음압기 공기배출구 1개 이상, 폐기물 반출구 1개 이상), 작업 후 작업장 1개를 하도록 하고 있다. 시료채취는 직경 25~47 mm, 공극 0.45~1.2  $\mu\text{m}$ 의 MCE를 사용하여 고유량 펌프(high volume pump)로 지상 0.8-1.2 m 되는 위치에서 1,200 L 이상 포집하고 정전기 방지 3 piece cassette holder 고정시켜 오픈페이스로 채취하도록 하고 있다(환경부, 2008). 채취한 시료는 실내공기질 공정시험기준 중 '석면(Asbestos)'의 위상차현미경법으로 분석하고, 농도가 0.01 f/cc 이상 검출된 시료에 관해서는 미국 EPA의 AHERA, ISO 10312, NIOSH 7402 분석방법에 따라 투과전자현미경으로 분석하도록 하고 있다(환경부, 2008).

일본 환경성에서는 직경이 47 mm, 평균공극지름이 0.8  $\mu\text{m}$ 의 MCE를 사용한다. 멤브레인 필터는 섬유의 계수방해가 일어나지 않게 격자가 인쇄되어 있지 않은 것이 바람직하다. SEM분석은 폴리카보네이트(PC) 여과지로 측정을 실시하는 경우 직경 47 mm, 공극 0.8  $\mu\text{m}$ 의 폴리카보네이트 여과지를 이용한다.

AHERA에서는 25 mm 또는 37 mm의 폴리카보네이트(PC) 여과지 또는 MCE 여과지를 사용하며, 25 mm 여과지는 1200~1800 L를 채취하고, 37 mm 여과지는 2800~4000 L를 채취하는 것을 권장한다(AHERA, 1987).

## 2. 공기중 석면시료 분석방법중 TEM 방법의 변천

표 2는 작업장에서 시료를 채취하고 분석하는 방법이고, 표 3는 일반 대기환경의 공기중 석면을 분석하는 여러 기관의 방법을 요약 정리한 것이다. 이중 TEM방법에 대해 미국

Table 2. Analytical method for airborne asbestos in occupational settings.

	Occupational Based				
	NIOSH 7400	NIOSH 7402	OSHA ID-160	KOSHA A-1-2004	HSE MDHS 39/4
Instrument	PCM	TEM	PCM	PCM	PCM
Criteria	0.1 f/cc	0.1 f/cc	0.1 f/cc	0.1 f/cc	Amphiboles' (i) 0.2 f/ml/4 hours; (ii) 0.6 f/ml/10 min Chrysotile (i) 0.5 f/ml/4 hours; (ii) 1.5 f/ml/10 min Clearance indicator 0.01 f/cc.
Recommended Air Volume (or flowrate)	400 L@0.01 f/cc Adjust to give 100 to 1300 f/mm <sup>2</sup> (0.5~16 L/min)	400 L@0.01 f/cc Adjust to give 100 to 1300 f/mm <sup>2</sup> (0.5~16 L/min)	25~2,400 L (0.5 ~ 5.0 L/min)	400~10,000 L (0.5~16 L/min)	10~480 L (1~4 L/min)
Sample preparation	Acetone, Triacetin	Acetone	Acetone, Triacetin	Acetone, Triacetin	Acetone, Triacetin
Filter	MCE	25 mm (0.45~1.2 μm) MCE	25 mm (0.45~1.2 μm) MCE	MCE	25 mm (0.8~1.2 μm) MCE (with printed grid)
Detection Limit	7 f/mm <sup>2</sup>	1 confirmed asbestos fiber above 95 % of expected mean blank value	5.5 fibers/mm <sup>2</sup> /0.001 fibers/cc (2,400 L Air Volume)	7 f/mm <sup>2</sup>	0.010 f/ml(480 L air, 200 field counts)
Magnification	X 400	X 10000	X 400	X 400	X 500
Fiber length, Width	> 5 μm > 0.25 μm	> 5 μm > 0.25 μm	> 5 μm > 0.2 μm	> 5 μm	> 5 μm, < 3 μm
Aspect Ratio	> 3:1	> 3:1	> 3:1	> 3:1	> 3:1
Counting	Fibers Asbestos	fibers	Fibers	Fibers	Fibers
Identification	Hard to identify btw. Asbestos and Non- asbestos	Morphology, crystal structure, elemental composition	Does not provide positive confirmation of asbestos fibers	-	-
Reporting	Fibers/cc	Amount of asbestos in percent (%)	Fibers/cc	Fibers/cc	Fibers/cc
Revised	1989.5 1994.8	1989.5 1994.8	1988.7 1997.7	1997.11 2004.5	1995.11

PCM: Phase Contrast Microscope; TEM: Transmission Electron Microscope;  
MCE: Mixed Cellulose Ester

의 변천과정을 고찰하였다.

TEM을 이용하여 석면을 분석하는 초기 방법은 1970년대  
에 Nicholson이 제시하였다. 이 방법은 MCE 여과지를 이용

하여 공기시료를 채취한 후 저온 플라즈마 회화장치에서 여  
과지를 회화하여 그 잔재를 니트로셀룰로스 용액에 분산시  
켜 슬라이드 글라스에 올려 용매를 증발시키고 이중 일부분



을 떼어 TEM 그리드에 올려 분석하였다. 석면의 함량은 발견된 섬유 크기와 석면의 종류에 따른 밀도를 이용하여  $\text{ng}/\text{m}^3$ 으로 표시하였다(EPA, 1975).

공기중 석면 농도를 섬유 개수로 처음 제안된 것은 1978년 USEPA와 계약하여 방법을 개발한 Samudra 등이다(Samudra, et al, 1978). 이 방법은 PC 여과지를 이용하여 시료를 채취한 후 여과지를 직접 전처리하여 TEM으로 분석하는 방법이었다.

그러나 일반적으로 많이 사용되게 된 방법은 EPA와 계약에 의해 1984년에 Yamate(1984)가 발표한 것이었는데 이는 EPA에 의해 공식적으로 채택되지는 않았지만 보편적으로 사용되어졌다. 이 방법에서는 석면의 정의를 NIOSH와 OSHA에서 인용하여 3:1의 AR을 가지는 것으로 정의하였는데 길이의 제한을 두지는 않았다. Yamate 방법은 Level 1, Level 2, Level 3로 통상 구분한다. Level 1은 최소한의 동정만 필요한 경우로 공기중 입자상 분진이 잘 규명되어 있을 때 사용하는 방법이다. 예를 들어 백석면 발생공정에서 발견된 섬유는 형태만으로 동정이 가능하다. Level 2에서는 백석면인 경우 형태와 회절만으로 동정이 가능하며, 각섬석 계통인 경우 X-ray에 의한 성분분석이 더 필요하다. Level 3은 각섬석을 확인하기 위하여 Level 2의 동정절차에서 시작하여 회절 형태지수를 더 확인하도록 하고 있다. Yamate 방법에서는 여과지가 과잉포집 되었을 때 간접 전처리 방법을 사용하도록 하고 있는데 이는 여과지 일부를 회화하여 물에 부유시킨 다음, 부유액 일부를 다른 여과지로 여과하여 분석하는 방법이다. 공기 중 석면 수준을 석면구조의 개수 또는 섬유질량 대 각 석면의 부피로 보고한다(Yamate, 1984)

1986년 8월 22일 레이건 대통령이 AHERA(Asbestos Hazard Emergency Response Act) 법을 통과시켰다. 이 법으로 인해 EPA는 학교에서 석면 대응법을 만들었고, 1987년에 'Interim TEM Analytical Method'가 EPA의 'Asbestos-containing materials; Final rule and note'의 부록 A의 subpart E로 공포되었다. AHERA법은 석면제거가 이루어지고 보호 차폐막이 제거되기 전에 팬을 이용하여 공기를 강제적으로 불어 침강분진을 비산시켜 5개의 공기중 시료를 채취하도록 하고 있다. 석면 제거가 완전함을 증명하기 위해서는 오염지역 내부에서 채취한 5개의 공기중 시료와 비 제거지역의(외부) 5개 이상의 채취시료와 비교한다. 비제거지역의 5개 시료는 공기를 강제적으로 불지 않고 채취한다. 통계적으로 두지역간 차이가 없으면 제거지역이 깨끗해진 것으로 보고 해당 건물을 다시 사용할 수 있다(AHERA, 1987).

AHERA 방법에서는 두 가지의 여과지를 사용하는데, Yamate 방법에서 사용했던 PC 여과지 이외에 MCE 여과지를 사용한다. PC 여과지를 Jaffer Washer와 클로로폼을 이용하여 전처리를 하며, MCE 여과지를 이용할 경우에는 아세톤증기

를 이용하여, plasma asher에 여과지를 노출시켜 에칭 시킨다. 최종적으로 여과지를 TEM grid에 옮기고 다시 아세톤을 이용하여 완전히 투명화 시킨다. ED(electron diffraction)와 EDXA를 이용하여 그리드에 있는 입자들을 무작위로 확인하여 AR이 5:1 이상이고, 길이가  $0.5 \mu\text{m}$  이상인 석면을 확인하도록 하고 있다. 이때 석면 섬유가  $5 \mu\text{m}$  이상인지 이하인지 구별하여야 한다. 결과보고를 할 때에는 석면 구조의 농도로 나타낸다. 계수방법은 Yamate 방법과 같이 석면의 구조를 계수하는데 여기서 구조란 현미경상의 다발(bundle), 뭉침(cluster), 섬유(fiber)와 석면섬유를 포함한 매트릭스(matrix)로 정의한다. 매트릭스란 섬유의 한쪽 끝이 바깥으로 나와 있고, 다른 한쪽은 입자에 끼여 있거나 가려있는 것으로 정의된다. 매우 큰 구조(structure)가 보이면 부적절하게 클리닝이 이루어진 것으로 간주한다.

AHERA 방법에서 계수하는 기준이 Yamate 방법과 크게 다른 점은 AR이 3:1에서 5:1로 된 점이다. 당시 AHERA 위원회의 많은 전문가들은 석면의 AR 비를 10:1이나 20:1로 하자고 주장하였으나 그전의 측정 자료와 AR의 너무 큰 차이가 나서 채택되지 않았다(Lee et. al., 2008).

공시료 여과지(Blank filter)에서도 구조물이 보일 수 있어 여과지에서  $70 \text{ structure}/\text{mm}^2$  이상이면 공시료 이상으로 본다. 실제로 철거작업에서 내부의 평균농도가  $70 \text{ structure}/\text{mm}^2$ 이 기준이 되고 있어 이를 넘으면 재청소를 한다. 실제 현장에서는 내부와 외부의 5개 시료를 다 비교하지는 않는다. AHERA 방법은 Yamate 방법을 단순화하여 오염제거 절차를 신속하게 하도록 한 것이다(AHERA, 1987).

1987년 AHERA 방법이 Federal Register에 임시방법으로 공포되고 NIST(National Institute of Standards and Technology)가 추후에 개정하라고 한 조항이 있었지만 개정되지는 않았고, 현재까지 공기중 석면을 분석하는데 일반적인 TEM방법이 사용되고 있다. 그러나 이 방법이 석면구조의 각각에 대한 크기자료를 제공하지 않는 단점이 있다. 섬유크기에 대한 정보가 필요한 경우는 Yamate Level II 방법을 사용한다(Millette, 2006).

AHERA 방법이 Yamate 방법과 다른 두 번째 차이는 MCE 여과지를 사용할 수 있다는 점과 전처리 방법이 간단하다는 점이다. PC 여과지는 Jaffer Washer에서 전처리를 하면 3일이 걸리며 여과지가 다 녹지 않은 상태로 ED로 분석을 하게 되면 기기 손상가능성도 있다. 이에 비해 MCE 여과지의 사용은 전처리 시간을 1시간으로 단축시키는 장점이 있다. AHERA 방법에서는 길이가  $0.5 \mu\text{m}$  이상 AR이 5:1 이상인 석면을 분석하는데 석면이 직접적으로 인체에 영향을 미치는지에 대하여 논란이 있다. 그러나 AHERA 방법의 목적은 인체의 유해성을 판단하는 것이 아니라 학교 건물의 공기질이 석면으로

Table 3. Analytical method for airborne asbestos in ambient air

	Environmental Based				
	WHO	KMOE	JMOE	ISO 10312	AHERA TEM
Instrument	PCM	PCM	PCM	TEM	TEM
Criteria					0.01 f/cc
Recommended Air Volume (or flowrate)	0.5-16 L/min Adjust to give 100-650 fibres/mm <sup>2</sup>	600 L (10 L/min, 1 hour)	2400 L (10 L/min, continuous 4 hours)		25 mm: (1200~1800 L) 37 mm: (2800~4000 L)
Sample preparation	Acetone, Triacetin	Acetone, Triacetin	Acetone, Triacetin	-	-
Filter	25 mm (0.8~1.2 $\mu$ m) MCE	25 or 47 mm (0.8~1.2 $\mu$ m) MCE or CN	47 mm (0.8 $\mu$ m) MCE	-	MCE PC
Detection Limit	10 f/100 field or 13 f/mm <sup>2</sup>		0.057 f/L 100 field		Lower detection limit <1 %
Magnification	X 400-600	X 400	X 400	~ X 20000	~ X 20000
Fiber length, Width	> 5 $\mu$ m, < 3 $\mu$ m	> 5 $\mu$ m, < 3 $\mu$ m	> 5 $\mu$ m, < 3 $\mu$ m	> 0.5 $\mu$ m > 0.002 $\mu$ m	> 0.5 $\mu$ m > 0.002 $\mu$ m
Aspect Ratio	> 3:1	> 3:1	> 3:1	> 3:1	> 5:1
Counting	Fibers	Fibers	Fibers	Structures	Structures
Identification	-	-	-	Morphology, crystal structure, elements	Morphology, crystal structure, elements
Reporting	Fibers/ml	Fibers/ml	Fibers/L	All Asbestos str/cm <sup>2</sup> and > 5 $\mu$ m fibers	All Asbestos str/cm <sup>2</sup> and > 5 $\mu$ m fibers
Revised	1997	2004 2008.5	1985.3 1993.12 2007.5	1995	1986

KMOE: Ministry of Environment, Republic of Korea; JMOE: Ministry of Environment, Government of Japan

PC: Polycarbonate; CN: Cellulose Nitrile

부터 안전한지를 판단하고자 하였다(Millette, 2006).

1988년 3월 CARB(Californian Air Research Board)에서는 427 방법을 공표하였는데 고정발생원에서 석면의 배출을 결정하는데 사용되는 방법으로 지역시료를 채취하여 광학현미경과 전자현미경을 이용하도록 하고 있으나 실제로는 전자현미경 사용을 강조하고 있다(CARB, 1991).

1995년에는 ISO 10312 방법이 공표되었다. 이 ISO 방법은 석면 구조에 대하여 Yamate와 AHERA의 개념을 확장하여 클러스터와 매트릭스를 분산된(dispersed) 구조와 단단한(compact) 구조로 세분하여 계수하도록 하고 있다(ISO, 1995). 이 방법은 PC capillary 여과지, MCE 또는 cellulose nitrate 여과

지를 이용하여 채취 한다. PC를 이용할 때에는 탄소 코팅된 여과지를 TEM 그리드에 옮기고 여과지를 유기용제를 이용하여 녹인 후에 관찰한다. MCE 여과지를 이용할 때에는 디메틸포름아마이드를 이용하고, 빙초산 용액으로 원래 두께에 15%수준으로 투명하게 만든다. 여과지의 표면을 플라즈마 애셔(plasma asher)로 에칭을 한다. 이렇게 전처리된 여과지 표면에 탄소를 증기화시켜 코팅한 다음 TEM그리드에 옮겨 TEM으로 형태(bundle, cluster, matrix)에 맞게 석면을 계수한다(ISO, 1995). ISO 10312 방법의 부록에는 PCME(PCM equivalent)라는 석면 섬유를 계수하는 방법이 포함되어 있는데 이 방법은 섬유구조가 길이 5  $\mu$ m 이상, AR 3:1 이상, 지름

0.2-3.0  $\mu\text{m}$ 의 크기를 가진 섬유를 계수하는 방법이다(ISO, 1995). PCME방법은 PCM과 비슷한 결과를 도출하기 위하여 지름이 0.25  $\mu\text{m}$  이상의 섬유만 계수를 하는 방법이다. 그러나 TEM의 배율과 분해능이 커서 직접적으로 PCM 결과와 비교하는 것은 어렵다(Perry, 2004)

ISO 10312는 1998년 ASTM D6281-98로 이어지고, 이는 2002년 D2681-02로 재 승인되었다. 석면의 함량이 많은 시료를 분석할 때 ISO 10312나 ASTMD2681 방법은 상당한 시간이 소모된다. ISO 10312 방법이나 ASTMD2681 방법은 분석자가 그리드에 보이는 섬유의 형태를 꼼꼼히 기록하도록 하고 있어 추후 다른 사람이 검토하여 볼 수도 있고, 다른 방법으로 계수를 다시 해볼 수 있도록 하고 있다. 예를 들어 이 방법으로 계수한 자료를 이용하여 AHERA방법의 계수 규칙을 이용하여 재평가하면 AHERA방법에서 규정한  $\text{str}/\text{cm}^2$ 으로 다시 계산할 수 있다(ISO, 1995; Millette, 2006).

1999년 ISO 13794이 발표되었는데 석면의 구조에 대한 정의와 계수방법은 ISO 10312와 ASTM D6281과 동일하다. ISO 10312 방법과 D2681 방법은 여과지를 직접 처리하는 방법인데 이 방법은 여과지가 과포집되었을 때 여과지의 일부를 회화시켜 물에 부유시키고 다른 여과지로 다시 여과하여 분석하는 간접전처리 방법이다(ISO, 1999). 이 간접처리방법은 Yamate 방법에서도 언급이 되었다(Yamate, 1984).

공기시료를 채취한 여과지를 직접 전처리하였을 때와 간접 전처리하였을 때의 석면 섬유를 계수해보면 간접전처리 방법의 결과가 더 높게 나온다고 보고하였다. 이는 간접전처리 시 큰 석면 구조가 작은 단위로 쪼개지는 것 이외에 다른 입자부스러기의 방해작용 제거, 비결합된 석면구조 등이 더 계수되기 때문이다(Chesson and Hatfield, 1990)

NIOSH 7402 방법인 TEM분석방법은 1989년에 공표되어 1994년에 개정되었다. NIOSH 7402 방법은 NIOSH 7400의 PCM 분석방법을 보완하기 위한 것이다. NIOSH 7402는 EPA AHERA 방법과 MCE 여과지 전처리 방법이 비슷하다. 그러나 이 방법은 길이가 0.5  $\mu\text{m}$ 이상인 섬유를 석면으로 규정하는 AHERA방법과는 다르게 길이가 5  $\mu\text{m}$ , AR 3:1 이상, 너비가 0.25  $\mu\text{m}$ 의 섬유만 석면으로 한다. 또한 석면섬유와 비석면 섬유를 구분하며 석면 섬유인 경우 석면의 종류도 동정한다. 이 방법에서는 석면섬유를 계수하지 않고, 발견된 섬유중 일정한 기준을 만족하는 석면 섬유의 분율을 구하여 NIOSH 7400에서 계수한 섬유에 곱하여 석면 섬유만을 계수하는 방법이다. 위에서도 언급했듯이 NIOSH 7400방법과 7402방법은 서로 상호 보완적인 방법이다(NIOSH, 1994<sup>9)</sup>)

한국 환경부 실내공기질공정시험기준에서는 TEM을 이용한 분석방법 이외에 다른 내용은 없다(환경부, 2008) 일본 환경성 석면모니터링매뉴얼에는 광학현미경의 측정결과와 보

완법으로써 EDX(Energy Dispersive X-ray spectrometer)가 장착된 TEM에 의하여 섬유를 계수한다. 계수가 된 섬유마다 길이, 폭 그리고 EDX 분석결과를 기록한다(일본 환경성, 2007). 우리나라 KOSHA CODE A-1-2004 방법은 미국 NIOSH의 7400 방법과 고형시료를 분석하는 방법이 같이 있다(한국산업안전보건공단, 2004).

## V. 고형시료 중 석면의 채취 및 분석

고형시료중 석면의 존재여부를 결정하는 것은 석면의 위험성 평가에 매우 중요하다. 석면은 케벡의 표준 등급에 따라 9등급으로 나뉘는데 1~3등급은 가장 길고 질긴 섬유로 주로 직조, 절연, 여과재로 사용되었다. 4~6등급은 중간 길이의 섬유로 주로 석면시멘트 제품, 브레이크 라이닝, 파이프 덮개로 사용되었다. 7~9등급은 더 짧은 섬유로 플라스틱, 바닥타일, 천장 펠트의 충전재나 접착제로 사용되었는데 이런 경우 제품 속에 끼여 있기 때문에 분석이 매우 까다롭다(Santee and Lott, 2003).

석면의 분석 방법에 따라 고형채취시료의 분석 절차는 다르나 일반적인 프로토콜은 그림 2 EPA-600/R-93/116에 나타난 석면분석 흐름도와 비슷하다.(EPA, 1993).

이 흐름도에서 보듯이 미국 EPA-600/R-93/116 방법에서는 반드시 입체현미경으로 석면함유여부를 검사한 후에 편광현미경으로 검사하도록 하고 있으며 분석방법의 서두에서 밝히고 있듯이 이 두 방법에 의해 대부분 고형시료의 석면의 동정과 함량을 결정할 수 있다고 하고 있다. 그러나 다음과 같은 경우에 더 세밀한 분석이 필요한데 첫째, 석면의 확실한 동정이 필요할 때, 둘째, 시료중 석면의 함량에 대하여 더욱 정확하게 하고자 할 때, 셋째, 실험실의 수행성 평가를 위한 정도관리를 할 때이며, 이 경우 XRD, AEM, 중량법등이 사용될 수 있다.

### 1. 고형시료 채취수와 양

미국 EPA에서 고형시료의 채취는 석면검사 교육을 이수한 사람이 할 수 있도록 하고 있고, 채취 시료 수는 해당 건축물의 면적에 따라 다르다. 우리나라와 비교해보면 표 4와 같다(EPA, 1993; 환경부, 2009).

미국 EPA-600/R-93/116에서는 고형시료 채취량이 너무 적지 않도록 규정하고 있는데 이는 시료형태에 따라 다르다. 즉, 바닥타일, 천장펠트, 종이 절연체등은 20-26  $\text{cm}^2$ 이면 되고, 천장 타일, 회반죽, 밀봉 절연체, 파이프 절연체 등은 15  $\text{cm}^2$  정도를 채취하라고 하고 있다. 페인트, 뿔철재, 테이프 등은 더

Table 4. Required sample number fork bulk analysis

Homogeneous area group				Minimum Sample Number
EPA	< 90 m <sup>2</sup>			3
	90 m <sup>2</sup> ~ 450 m <sup>2</sup>			5
	> 450 m <sup>2</sup>			7
Ministry of Environment, Korea	Building, Facility	Ceiling, Wall, Floor	25 m <sup>2</sup>	1
			25 m <sup>2</sup> ~ 100 m <sup>2</sup>	3
			100 m <sup>2</sup> ~ 500 m <sup>2</sup>	5
			> 500 m <sup>2</sup>	7
		Insulation material	< 2.0 m or < 1.0 m <sup>2</sup>	1
			> 2.0 m or > 1.0 m <sup>2</sup>	3
		Others	< 1.0 m <sup>2</sup>	1
			> 1.0 m <sup>2</sup>	3
	Sprayed material	25 m <sup>2</sup> ~ 100 m <sup>2</sup>		3
		100 m <sup>2</sup> ~ 500 m <sup>2</sup>		5
		> 500 m <sup>2</sup>		7

적은 양도 가능하다.

그림 3은 고형시료중 분석하기 어려운 시료의 분석 흐름도를 표시한 것이다. 위 흐름도는 모든 고형시료에 적용할 수도 있지만 특히, 석면의 함량이 낮거나, 섬유크기가 작은 경우 또는 바인더/매트릭스가 방해물질로 작용하여 PLM으로 분석이 어려운 경우 정성적 또는 반 정량적으로 분석하는 방법이다. 그렇지만 반드시 XRD나 AEM을 사용하여야 하는 것은 아니다(EPA, 1993).

바인더, 매트릭스가 존재하거나 석면의 함유량이 낮은 경우 추가적인 전처리를 하여 분석을 용이하게 할 수 있다. 예를 들어 석회질이 있는 경우 염산처리를 하고, 비닐, 가소제, 에스테르, 아스팔트 등의 유기물질 바인더가 있거나, 셀룰로스, 합성유기섬유, 텍스타일이 있는 경우 머플용해로(muffle fumace) 회화할 수도 있다. 회화시 온도가 550 °C를 넘으면 석면의 물성이 변화할 수 있으므로 넘지 않도록 한다(Santee and Lott, 2003).

시료가 젖어 있는 경우는 자연건조나 가열램프, 드라이 오븐을 이용하여 60 °C이하로 건조시켜 분석하고, 시료를 전처리 할 때는 동질화를 시키는 것이 중요하다.

## 2. 고형시료 방법 고찰

1993년 EPA 방법은 1982년의 interim method를 개정한 것이나 공식적으로 채택되지는 않았다. EPA에서는 석면이 1%

이상 포함되어 물질을 석면이 포함되어있는 물질이라고 정의하고 있다(AHERA, 1987; NESHAP, 1990). EPA에서의 건축 자재에서의 석면검출 분석방법은 밀폐공간에서의 고형시료에 분석방법인 “EPA-600/M4-82-020”으로 1982년에 12월에 만들어졌고, 이어서 1993년 건물에서의 고형시료에 대한 분석방법인 “EPA-600/R-93/116”이 만들어졌다(EPA, 1993).

NIOSH 9002 방법과 OSHA ID-191 방법은 1993년에 만들어진 EPA의 고형석면분석방법과 유사하다(NIOSH, 1994; OSHA, 1994).

분석기기로는 EPA-600/M4-82-020방법(EPA, 1982)과 NIOSH 9002방법이 1차적으로 후드 내에서 입체현미경을 통해 시료의 표면 또는 내부에서 섬유를 유무를 관찰하고 필요한 경우 외과 소형 집게, 핀셋, 니퍼 등을 이용하여 시료를 절단하거나 부수어서 섬유를 관찰하여 2차적으로 관찰된 섬유를 PLM방법으로 섬유를 관찰하는 방법과 X-선 회절분석법(XRD)을 언급하고 있는 반면, KOSHA CODE 방법은 입체현미경을 이용한 PLM방법만 제시되어있다(KOSHA, 2004).

EPA-600/R-93/116방법과 ASTM, ISO 방법은 입체현미경을 이용한 PLM방법과 더불어 TEM분석방법을 제시하였고, OSHA ID-191방법은 입체현미경을 이용한 PLM방법만을 나타내었을 뿐 전자현미경(SEM과 TEM)법에 대한 것은 분석 방법 없이 언급만 하였다.

천장재, 바닥재, 밀봉마감재(Caulks), 페인트와 마감재와 같은 물질에서는 석면의 함량이 1%내외로 포함되어있다. 이

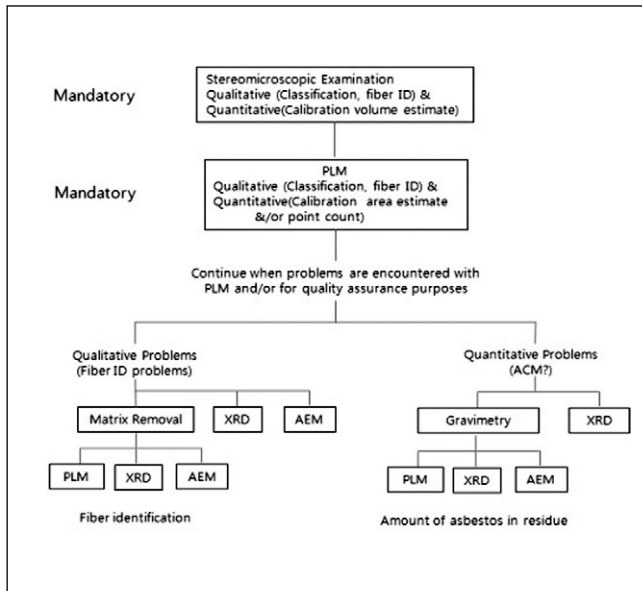


Fig 2. Simplified flowchart for analysis of bulk materials(EPA, 1993), PLM; Polarized light microscope, XRD; X-ray diffractometer, AEM; Analytical electron microscopy.

런 물질에 대해서는 좀 더 특별한 방법으로 분석을 해야 하는데 그중에 한 가지 방법이 “Point counting”(점계수)방법이다. 이 방법은 일단 시료를 분쇄하여 잘 섞어 균질화 시켜야 한다. 이 중 소량을 취하여 현미경 슬라이드위에 시료의 입자를 놓고 PLM으로 무작위로 400번을 관찰하는 방법이다. 만약, 석면섬유가 교차되어 현미경 시야상의 중심에 위치되어 있다면 이 섬유는 1개의 석면으로 계수한다. 석면의 함유량(%)을 산출하는 방법은 PLM상으로 400번의 시야를 관찰하여 400번 중에서 석면섬유가 계수된 값을 나누면 된다. 예를 들면, 현미경의 시야 상으로 400번을 관찰한 것 중에서 3개의 석면섬유가 계수되었다면 석면의 함유량은 0.75 %가 되는 것이다.

미국 뉴욕 주의 Env. Laboratory approval program (New York ELAP)에서는 고농도 석면이 포함된 경우 노동력을 절감하기 위한 ‘층화 포인트 계수법(Stratified point-counting)’을 발표하였다. 뉴욕 ELAP방법은 PLM방법을 이용한 일반적인 고형석면분석방법인 ELAP 198.1방법, 고형시료에 석면이 미량으로 포함되어있는 시료를 TEM방법으로 분석하는 ELAP 198.4방법 그리고 비(非)비산성 유기물결합 고형석면시료 (Non-Friable Organically Bound Materials; NOB)를 매트릭스 감소(Matrix reduction)법으로 전처리하여 PLM방법으로 관찰하는 ELAP 198.6방법 3가지가 있다. ELAP 198.1에서는 100배로 관찰하여 전처리한 네 개의 슬라이드를 관찰하는데 한 슬라이드에서 한 개의 석면섬유가 관찰될 때까지 하던지, 아니면 nonempty point가 50개 될 때까지 관찰하여 4개의 슬라이드에

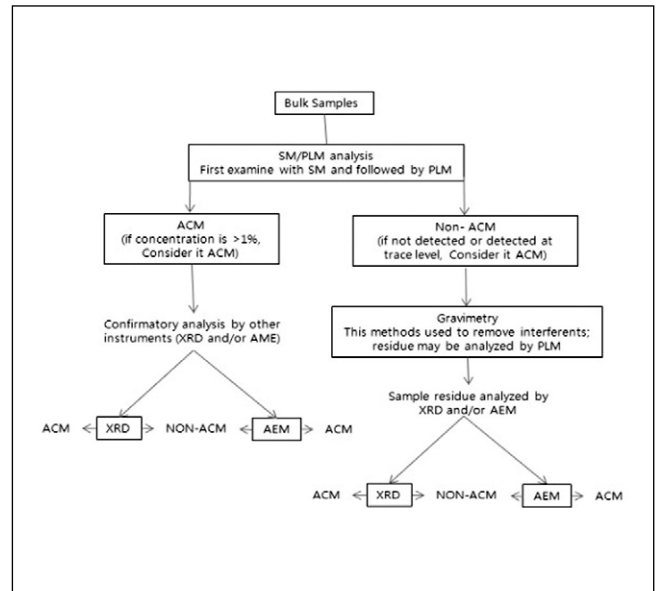


Fig 3. Flowchart for qualitative analysis of special case building materials such as floor tiles, asphaltic materials, viscous matrix materials, etc. (EPA, 1993)

서 관찰되는 총 계수 포인트에서 석면섬유가 계수된 point를 계산하여 그 백분율을 표시한다(ELAP, 2005). ELAP 198.4 방법은 석면포함비닐타일이나 회반죽, 천정재, 페인트조각, 밀봉마감재 등 비 비산성 유기물결합 (Non friable or organically bound; NOB)고형시료를 TEM으로 분석하는 방법이다. ELAP 198.6방법은 NOB에 대해 산이나 muffle furnace를 이용하여 매트릭스 감소를 한 다음, PLM으로 point counting으로 석면의 함유를 결정하는 방법이다. ELAP 198.6 방법은 NOB를 편광현미경으로 분석하는 방법인데 시료를 산이나 muffle furnace로 전처리하여 분석한다. ELAP방법에서 특이한 점은 입체현미경으로 관찰하여 빠져나온 섬유를 편광현미경을 관찰하여 석면임이 확인되고 중량감소법으로 정량하지 않았을 때는 'Asbestos Detected at Unquantified Percentage' 라고 고객에게 보고하도록 하고 있고, 중량감소법을 통해 전자현미경으로 분석하여 석면이 발견되지 않았을 때에 석면 불검출 (No asbestos detected)로 기록하고, point에 석면이 정확히 걸쳐 있지는 않으나 석면섬유가 다른 시야의 다른 곳에서 검출되면 석면 미량 포함이라고 표기하도록 하고 있고, 필요한 경우 더 분석하도록 하고 있다.

‘Point-counting’방법은 1 % 수준에서 통계적으로 타당하지 않은 것으로 보고되기도 하였다(Chatfield, 2000). Point-counting 방법으로 석면함량이 정확히 1 %인 시료를 반복하여 point-count 분석을 실시한 결과 Poisson 통계방법에 근거한 석면의 함량범위가 0.27-2.6 %로 넓게 나타나는 결과를 보였다.

광산에서처럼 광물에서 석면을 분석할 때 특히 문제가 되

Table 5. Comparison of common methods for measuring asbestos in bulk materials

	Instrument	Sample preparation	Magnification	Minimum fiber diameter	Aspect Ratio	Measurement	Identification	Reporting
EPA-600/M4-82-020	Stereo + PLM, XRD	As is and some matrix reduction	X 1-1,000	Approximately $>1\mu\text{m}$	NA*	Volume or areal estimation	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle	% asbestos
EPA-600/R-93/116	Stereo + PLM, TEM	As is and some matrix reduction, gravimetric	X 1-20,000	Approximately $>1\mu\text{m}$	Generally $>10:1$	Visual estimation	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle	% asbestos and possible weight percent
NIOSH 9002	Stereo + PLM, XRD	As is and some matrix reduction	X 1-400	Approximately $>1\mu\text{m}$	Generally $>10:1$	Areal estimation	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle	% asbestos
OSHA ID-191	Stereo + PLM with mention of SEM, TEM	As is and organic and carbonate matrix reduction	-	Approximately $>1\mu\text{m}$	3:1 with mention of 100:1	Areal estimation	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle. Mention of SEM and TEM	% asbestos
ASTM and ISO	PLM, TEM	As is and detailed matrix reduction, gravimetric	X 1-20,000	Approximately $>1\mu\text{m}$	Not known at this time	Volume estimation + weight measure	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle + TEM ID	Volume or areal and percent asbestos or weight percent
KOSHA CODE 2004	Stereo + PLM	As is and some matrix reduction	X 1-400	-	NA*	Areal estimation	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle	% asbestos
KFDA 2009	IR, XRD, PLM	-	-	-	20:1 ~ 100:1	-	Morphology, Color, Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, extinction angle	-

\* NA : Not applicable



는 것은 비석면형태의 cleavage fragment가 존재할 때이다(Lee et al., 2008). 사문석 계통인 백석면은 형태와 결정구조가 비석면형태의 사문석과 확연히 달라 문제가 되지 않는다. 각섬석은 파쇄하거나 연마하면 잘게 부수어지는데 벽개(cleavage, 劈開)란 결정구조의 약한 벽개면(cleavage plane)을 따라 결정이 쪼개지는 것을 의미한다. 한쪽면 으로부터 쪼개질 때 평평한 조각을 형성하고, 두 개의 면으로 쪼개지면 프리즘모양(prismatic)이나 바늘모양(acicular)형태로 되며 여러 방향으로 쪼개지면 다면체 조각을 형성한다. 각섬석 계통은 석면형태와 비석면형태의 구별이 명확하지 않아 각섬석 입자가 다양한 모양으로 존재하여, 블록모양(blocky)-프리즘모양(prismatic)-바늘모양(acicular)-석면형태(asbestiform)으로 존재할 수 있기 때문이다. 프리즘모양 결정구조는 한쪽방향으로만 길고 다른 두 방향은 거의 동일하게 짧은 구조이다. 바늘모양 결정구조는 프리즘모양의 특별한 형태로 한쪽방향으로 매우 길면서, 직경이 작아 바늘처럼 생긴 구조이다(Lee et al., 2008).

편광현미경같은 광학현미경으로 석면형태와 비석면 형태를 구분하는 것에 대해 1993년 EPA의 PLM 방법, ASTM의 PLM 방법, NIST의 1867에서는 석면형태 습성(asbestiform habit)의 강한 장력을 갖고 있으면서 가늘고, 유연성이 있으며, 잘 분리되는 섬유는 날개의 섬유 또는 섬유 뭉치가 다음의 특성을 갖고 있다고 하였다.

① 길이가 5  $\mu\text{m}$ 이상인 섬유에 대해 평균 AR이 20:1~100:1 또는 그이상이다.

② 날개 섬유는 매우 가늘어 대개 너비가 0.5  $\mu\text{m}$ 이하이다.

③ 섬유뭉치에서 평행하게 섬유가 존재한다.

④ 이외에 아래 특성 중 1개의상의 특성을 가진다.

④a 섬유뭉치는 끝이 갈라진 모습을 보인다.

④b 각 섬유는 매트모양을 보인다.

④c 섬유는 곡선형태이다.

위와 같은 특성은 광학현미경으로 관찰할 때의 특징이며, SEM이나 TEM으로 관찰 할 때는 이외에 평행측면(parallel side), 섬유끝단의 모양, 전자회절특성 등이 추가적으로 석면 형태를 확정지을 때 사용된다. 시각적으로 보아 석면형태가 아닌 cleavage fragment, 자형(euhedral)이나 반자형(subeuhedral) 결정질은 계단형 측면(Stepped side), 벽개면(cleavage plane)의 존재, 섬유의 끝이 뭉툭하거나 직각이 아니며 5  $\mu\text{m}$ 이상의 대부분 섬유의 AR이 20:1보다 작다(Lee et al., 2008).

탈크중 석면을 분석하기 위하여 우리나라 식품의약품안전청(Korea Food & Drug Administration)에서 미국약전 기준을 참조하였다(USP-NF, 2009). 한국의 식품의약품안전청(Korea Food & Drug Administration)의 석면분석방법 같은 경우는 적외부스펙트럼측정법과 XRD방법으로 분석하여 석면이 검

출이 되지 않으면 석면이 검출이 되지 않은 것으로 판정을 하며, 적외부스펙트럼측정법과 XRD방법에서 석면이 있는 것으로 판정되면 추가로 PLM방법을 사용하도록 규정이 되어있으며 PLM방법에서의 석면판정 기준도 ①섬유뭉음 안에 평행한 섬유질들이 있을 경우, ②섬유뭉음 중 닳거나 해진 끝이 존재할 경우, ③가는 바늘 형태의 섬유들이 존재할 경우, ④각각의 섬유들이 헝클어진 덩어리 형태의 뒤틀림을 나타낼 경우로 나누어 이 4가지 특징 중에서 2가지 이상의 특징이 나타나면 석면이 있는 것으로 확인하는 방법으로 석면 분석방법이 규정되어있어 다른 고형석면분석방법들과 차이를 보이고 있다(식품의약품안전청, 2009).

### 3. 토양분석

토양중 석면분석은 오염여부가 의심되거나 과거에 석면이 포함되어있던 지역, 또는 복원이 이루어진 후 토양중 석면이 검출되지 않는지 확인하기 위해 매우 중요하다. 미국에서도 Superfund program에 의해 토양 중 석면 분석이 중요하게 취급되어 몇 가지 방법이 일반 고형시료 중 석면을 분석하는 방법을 준용하여 사용하여 PLM, TEM 또는 SEM을 사용하고 있지만 검증된 방법은 없다. 토양중 석면을 분석하기 위해서는 간접 전처리 방법을 사용하여야 하는데 이 경우 동일한 시료를 제조 하는 것이 어렵다. 다른 문제로는 토양중 분석한 결과를 이용하여 리스크를 추정하는 것이 어렵다(Perry, 2004). 토양중 함유된 시료로부터 리스크를 추정하는 것이 어려운 점은 토양 시료중 PCME를 계수한다 해도 시료 전처리 방법의 차이, 토양에서의 보다 많은 방해물질의 존재, 토양에서 주로 표현되는 중량비에 대한 위험도 자료의 부재, 토양중 석면이 실제 공기중에서 얼마나 비산될지의 불확실성이 존재하기 때문이다(Perry, 2004).

토양시료중 PLM을 이용하여 석면을 분석하는 EPA 방법으로는 SRC-Libby-01(revision 2)와 SRC-Libby-03(revision 1)이 있다. SRC-Libby-01 방법은 EPA-600/R-93/116과 NIOSH 9002에 근거를 두고 있는 방법으로 거친 토양(> 1/4") 중 석면을 스크리닝 하기 위한 방법이다. 이는 미국 몬테나 Libby 토양시료를 분석하기위한 것으로 토양을 건조하여 균질화 시킨 다음 1/4"체로 걸러 빠져 나가지 못하는 토양부분을 입체 현미경으로 보아서 비석면과 석면 가능성 물질(tentatively identified asbestos)로 구분하여 석면가능성 물질은 다시 편광현미경으로 확증한다. 확증된 석면 구조는 계수하고, 모든 계수된 석면에 대하여 질량을 구하여 초기 토양시료 중 석면의 질량을 이용하여 토양중 석면 질량비를 계산한다(Gibson, 2004). SRC-Libby-03(revision 1)도 모든 토양을 분석할 수 있지만, 몬테나 Libby 토양을 분석하기 위한 것으로 NIOSH 9002, EPA-

Table 6. Comparison of common methods for measuring asbestos in soil, surface, and water (Millette, 2006).

Soil	Instrument	Sample preparation	Magnification	Fiber length	Diameter	Aspect ratio	Counting	Identification	Reporting
EPA Superfund	TEM	Elutriator (to generate air samples)	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Structures	Morphology, crystal structure, elements	Various including "protocol" fibers
EPA Region 1 Screening	PLM	Sieving (to reduce matrix)	$\times 10\sim 1,000$	$>1\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Areal %	Refractive indices, dispersion staining, birefringence, sign of elongation, Beck line extinction angle	% Asbestos
Surface dust									
ASTM D5755-02	TEM	Microvacuum (indirect)	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Asbestos structure	Morphology, crystal structure, elements	Asbestos str/cm <sup>2</sup>
ASTM D5756-02	TEM	Microvacuum (indirect)	$\sim \times 20,000$	$>10\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Asbestos structure	Morphology, crystal structure, elements	Asbestos str/cm <sup>2</sup>
ASTM D6480-99	TEM	Wipe(indirect)	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Asbestos structure	Morphology, crystal structure, elements	Asbestos str/cm <sup>2</sup>
EPA/600/J-93/167	TEM	Piece of carpet (indirect)	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$		Asbestos structure	Morphology, crystal structure, elements	Asbestos str/cm <sup>2</sup> of carpet
Water									
EPA 100.1	TEM	Indirect PC	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Fibers	Morphology, crystal structure, elements	Millions of asbestos fibers per liter(MFL)
EPA 100.2	TEM	Indirect (PC and MCE)	$\sim \times 20,000$	$>0.5\mu m$	$>0.002\mu m$	$>5:1$	Fibers	Morphology, crystal structure, elements	Morphology, crystal structure, elements MFL
AWWA 2570	TEM	Indirect (PC and MCE)	$\sim \times 20,000$	$>0.002\mu m$	$\mu m$	$>5:1$	Fibers	Morphology, crystal structure, elements	Morphology, crystal structure, elements MFL

600/R-93/116, 캘리포니아 CARB 435 방법을 준용하여 만들어졌다. 이 방법에서는 전처리된 시료를 편광현미경으로 분석하여 형태, 굴절률, 색상, 복굴절률에 따라 석면을 크리소타일, Libby 각섬석(Libby Amphibole; 트레몰라이트 액티노라이트, winchite, richterite), 다른 각섬석(Other Amphibole; 아모사이

트, 크로시돌라이트, 엔토피라이트)의 세 종류로 대별하여 질량을 구한다(Brattin and William, 2004). SRC-Libby-01은 시료분석이 간단한 반면에 2-3 mm 이하의 입자는 분석하지 않으므로 과소평가를 할 수 있는 정성적인 방법으로 스크린 하는데 사용되는 방법이다. SRC-Libby-03은 이보다 정확하여 반정량

을 할 수 있으나 분석이 복잡하고, 전처리 방법이 다른 세 가지 방법에 의존하고 있어 통일시키기 어려우며, ED나 EDXA를 이용하지 않는 편광현미경의 한계를 갖고 있다.

토양 중 석면 분석이 어려운데 그 이유는 토양 미네랄을 석면 섬유로부터 분리가 어렵기 때문이다. US EPA Region 1 스크리닝 방법은 석면섬유의 검출능력을 향상시키기 위해 체질을 사용하고 PLM으로 고형시료를 분석한다. 토양으로부터 발생된 공기중 석면을 분석하는 방법으로는 소위 EPA superfund 방법이라고 불린다(EPA, 1990). 이 방법에서는 토양 시료를 회전드럼에 넣고 Vertical Elutriator를 이용하여 공기중 시료를 채취한다. 이 시료는 ISO 10312 방법에 의해 TEM으로 분석한다. 계수절차는 protocol fiber를 계수하기 위해 수정할 수 있는데 'protocol fiber'란 생체계에서 연구된 길이와 너비의 특성을 갖는 석면섬유이다.

Vermiculite는 고형석면 시료분석에 있어서 특별한 케이스이다. The Cincinnati Method라는 EPA의 이 연구방법은 Vermiculite attic insulation(VAI)에서 섬유상 각섬석을 채취분석하기 위한 것으로 밀도가 큰 각섬석에서 Vermiculite를 분리하기 위해 부유시키는 절차인 Floating step을 사용한다. 몬태나 Libby Vermiculite 속에서 섬유상 각섬석을 찾기 위해 침전물(sink)에서 입체현미경상으로 분석하기 위해 손으로 섬유를 골라내 무게를 측정하며 직접 무게 중량비를 측정한다. 또한 TEM를 이용하여 부유절차 중 부유물중 물속의 각섬석 섬유를 분리하는데 이때는 ISO 10312나 ISO 13794 방법을 적용한다(EPA, 2004; Millette, 2006).

#### 4. 표면 먼지 분석

먼지중 석면을 분석하는 데는 편광현미경보다는 전자현미경을 사용하는데 그 이유는 함유량이 대개 매우 적기 때문이다(Santee and Lott, 2003). 먼지중 석면을 분석하는 방법을 제시하고 있는 것은 ASTM방법이 있다. 소형 진공방법으로 시료를 채취하여 TEM으로 분석하여 질량으로 표시하는 ASTM D57-56-95 방법과 표면을 닦아 TEM으로 단위면적당 석면 구조를 계수하는 방법인 ASTM D6480-99가 있다(ASTM, 1995; ASTM, 1999). Wipe 시료 또는 진공으로 포집한 시료는 분석하기 위하여 간접전처리 방법인 물에 부유시켜 초음파 처리를 하여 균질하게 한 다음, 여과하여 그 여과지의 일부를 절단하여 표준 TEM 구리 그리드에 올려놓고, 플라스마로 에칭시켜 흑연코팅을 하고 유기물질을 연소시켜 TEM으로 분석하도록 하고 있다. 두 방법의 차이는 시료의 채취가 표면을 깨끗한 천으로 닦느냐 진공 흡입하느냐 하는 것과, 농도의 표시를 단위 면적당 질량으로 하느냐 단위면적당 구조수로 하느냐이다.

EPA Carpet method는 EPA-600/J-93/167로 1993년에 발표되었다(Millette, 1993). 농도표시는 단위면적당 질량, 또는 구조수로 한다. 민감도는 질량인 경우  $0.24 \text{ pg/cm}^2$ 이고 계수인 경우  $1000 \text{ str/cm}^2$ 이나 실제로 더 낮게 할 수 있다. 정부의 규제기준은 없다. ASTM 방법은 비파괴적 방법인데 비해 EPA 카펫 방법은 카펫을 소량취해서 분석하는 파괴적 방법이다.

#### 5. 물중 석면분석

음용수중 석면의 분석하는 방법은 세가지가 가능한데 EPA 100.1, EPA 100.2, AWWA 2570 방법이 있다. 모두 TEM을 사용하고 EPA는 수질 오염농도를  $10 \mu\text{m}$  이상크기의 섬유에 대하여 7 MFL(million fibers per liter)로 제시하였고 두 방법을 모두 승인하고 있다.

EPA 100.1 방법은 EPA가 음용수에 대해 규제하기 전에 연구보고서에 나온 방법으로  $0.5 \mu\text{m}$  이상의 것을 측정한다. EPA 100.2는  $10 \mu\text{m}$  이상의 것만 계수한다. Feige 등은 EPA 100.1 방법을 EPA 음용수 기준에 맞게 적용하는 지침을 발표하였다. ELAP certification Manual Item 198.2는 100.2를 수정하여 뉴욕주 보건성의 규제에 맞도록 하였다. 이 경우 시료는 48시간 이내에 여과지 오존 발생기를 사용할 것을 선택사항으로 하고 있다.

### VI. 토 의

공기중 시료를 PCM으로 분석할 때와 TEM으로 분석할 때 그 결과에 차이가 나는 이유는 기기간의 분해능과 분석하는 면적의 차이이다. 예를 들어 TEM이 15,000배로 분석하고, PCM이 400 배로 분석한다면 TEM은 PCM 보다 37.5배 더 크게 확대하여 보기 때문에 아주 가는 섬유까지 계수할 수 있다. 또한 TEM에서 보는 그리드 면적이  $0.0057 \text{ mm}^2$ 인데 이는 PCM으로 100시야를 본다고 할 때의  $0.785 \text{ mm}^2$ 보다 138배 작은 면적을 보기 때문에 더 세밀히 관찰하게 된다. 이 적은 면적을 훨씬 좋은 분해능으로 보기 때문에 동일한 섬유의 석면이 있다면 TEM이 PCM에 비해 더 많은 섬유를 계수할 수 있게 된다. 그러나 작업장이 아닌 일반 환경에서 전자현미경으로 분석하면 농도가 매우 낮게 되는데 그 이유는 PCM은 일정기준이상의 섬유를 모두 계수하는 반면 전자현미경은 석면으로 확인된 것만 계수하기 때문이다.

공기중 시료를 분석할 때 TEM 방법은 PCM 방법과 몇 가지 차이가 있다. 예를 들어 NIOSH 7400 방법과 EPA의 AHERA를 비교해보면 NIOSH 방법에서는 섬유의 농도를 단위 공기 부피당 섬유의 개수(f/cc)로 표시하는 반면에 TEM을

사용하면 단위공기 당 구조(structure/cc 또는 structure/mm<sup>3</sup>)를 사용한다. 또한 섬유를 정의함에 있어서 NIOSH 방법은 fiber 하나로 정의함에 비해 AHERA에서 표기하는 구조에는 섬유(fiber), 다발(bundle), 매트릭스, 뭉침(cluster)등으로 세분된다. 섬유의 크기도 다르게 정의하는데 NIOSH에서는 길이가 5  $\mu\text{m}$  이상이고, AR이 3:1이상인 것을 계수하는 반면 AHERA에서는 길이가 0.5  $\mu\text{m}$  이상이고, AR이 5:1이상인 것만 계수한다.

NIOSH 방법에서는 계수 시야를 임의적으로 선택하는 반면 AHERA에서는 일반적으로 왼쪽위에서부터 오른쪽 아래로 그리드를 옮기며 계수하며 개구 그리드의 모든 structure를 계수하기 위하여 20%정도를 겹치도록 하고 있다.

공기중 시료에서 석면섬유를 스크린하거나 동정하기 위하여 PCM, TEM, SEM 이 주로 사용된다면 고형시료 분석에서는 PLM이 가장 강력한 분석기기이다(Lee et. al., 2008).

고형시료의 함량을 표현하는데 쓰이는 %가 중량비인지, 부피비인지, 면적비인지도 논의가 될 문제이다. 포인트 카운트 방법은 면적비이다. 시료를 무게를 칭량하여 매트릭스를 제거하는 방법을 사용하였다면 중량비 함량을 사용할 수 있다. 중량법을 정확하게 하기 위하여 표준물 첨가법을 이용한 X-ray 회절 분석방법을 사용할 수 있는데 실제로 이는 비용과 시간이 많이 소모됨으로 일반적으로 사용되지는 않는다. X-ray 회절분석법은 함량이 면적비, 부피비, 중량법 간에 큰 차이가 없다는 보고도 있다(Santee and Lott, 2003)

본문에서는 주로 공식적으로 사용되고 있는 시험법을 중심으로 석면분석을 논의하였지만 이외에도 논문에도 지속적으로 석면분석에 대한 논의가 되고 있다. 예를 들어 비석면형태와 석면형태의 구분(Orden et. al., 1991), 위상차와 편광현미경을 이용한 미량 분석법(Schneider et. al., 1998) 탈크중 석면 분석법(Kremer et. al., 1990), 향후 석면 분석의 방향(NIOSH, 2008) 등이 보고되었다. 이상의 논의에도 불구하고, 석면의 동정에 관련하여 아직도 논란이 되고 있는 점은 첫째로, 규제되고 있는 여섯 가지 석면이외에 다른 종류의 asbestiform도 규제하여야 하는가 하는 점과, 둘째, 비석면형태의 cleavage 조각에 대해 어떻게 접근할 것인가 하는 점, 셋째로 현재의 규정된 분석방법에 나타난 석면섬유의 기준이 적절한 것인가 하는 점이며 이에 대한 연구가 지속되어야 할 것이다(Lee et. al., 2008).

## REFERENCES

식품의약품안전청, <http://www.kfda.go.kr/>, 탈크규격기준, 2009.  
일본 환경성, 석면모니터링 매뉴얼, 3rd. 2007  
한국산업안전보건공단(KOSHA) KOSHA CODE A-1-2004,

2006.  
환경부, 실내공기질공정시험기준, 2008  
환경부, 건축물 석면 관리 가이드라인, 2009  
AHERA (Asbestos Hazard Emergency Response Act), Part 763, Subpart E Asbestos-Containing Materials in Schools, EP A, 52 CFR Part 763, 1987.  
ASTM D5756-95 Standard Test Method for Microvacuum Sampling and Indirect Analysis of Dust by Transmission Electron Microscopy for Asbestos Mass Concentration; American Society for Testing Materials: Philadelphia, Pennsylvania, USA, 1995.  
ASTM D6480-99 Standard Test Method for Wipe Sampling of Surfaces, Indirect Preparation, and Analysis for Asbestos Structure Number Concentration by Transmission Electron Microscopy; American Society for Testing Materials: Philadelphia, Pennsylvania, USA. 1999.  
Bailey, Kelly F., J. Kelse, A. G. Wylie, R. J. Lee, "The Asbestiform and Nonasbestiform Mineral Growth Habit and Their Relationship to Cancer Studies", A Pictorial Presentation, 2003;12-13  
Brattin, William. Analysis of Asbestos Fibers in Soil by Polarized Light Microscopy. Libby Superfund Site Standard Operating Procedure (SOP) No. SRC-Libby-03 (Rev. 1), EPA, 2004.  
Chesson, J. and Hatfield, J., Comparison of Airborne Asbestos Levels Determined by Transmission Electron Microscopy Using Direct and Indirect Transfer Techniques, EPA-560/5-89-004, 1990.  
Chatfield, E. J., "A Validated Method for Gravimetric Determination of Low Concentrations of Asbestos in Bulk Materials "Advances in Environmental Measurement Methods for Asbestos", ASTM STP 1342, H.L. Rook and M. E. Beard Eds., American Society for Testing and Materials, 1999.  
California Air Resources Board(CARB), Determination of Asbestos Emissions from Stationary Sources, Method 427, March, 23, 1988.  
Environmental Protection Agency (EPA). AHERA - Interim Transmission Electron Microscopy Analytical Methods: Asbestos Containing Materials in Schools EP A, 40 CFR Part 763 . 1987.  
Environmental Protection Agency (EPA). Asbestos contamination of the Air in Public Buildings, Research Triangle Park, NC, EPA-450/3-76-004, 1975.  
Environmental Protection Agency (EPA). Environmental asbestos assessment manual: superfund method for the determination of

- asbestos in ambient air: part 1: method. EP A-540-2-90-005b. 1990.
- Environmental Protection Agency (EP A). Methods for the analysis of Carpet Samples for Asbestos. EPA-600/J93/167, 1993.
- Environmental Protection Agency (EPA). Method for the Determination of Asbestos in Bulk Building Material, EP A-600/R-93/116, 1993.
- Environmental Protection Agency (EP A). Research method for sampling and analysis for fibrous amphibole in vermiculite attic insulation, Cincinnati Method, EPA-600/R-04/004, 2004.
- Environmental Protection Agency (EP A). Test Method for the Determination of Asbestos in Bulk Insulation Samples, EP A-600/M4-82-020, December 1982.
- Gibson, S. M. L. 2004. Qualitative Estimation of Asbestos in Coarse Soil by Visual Examination Using Stereomicroscopy and Polarized Light Microscopy. Libby Superfund Site Standard Operating Procedure (SOP) SRC-Libby-01 (Rev. 2).
- Health and Safety Executive(HSE). MDHS 39/4 Asbestos fibres in air: Sampling and evaluation by Phase Contrast Microscopy (PCM) under the Control of Asbestos at Work Regulations. 1995.
- International Organization for Standardization (ISO). ISO 10312, Ambient air - determination of asbestos fibres - direct-transfer transmission electron microscopy method; 1995.
- International Organization for Standardization (ISO). ISO 13794, Ambient air - determination of asbestos fibres - indirect-transfer transmission electron microscopy method; 1999.
- Lange, BA., Haartz, JC. Determination of microgram quantities of asbestos by x-ray diffraction: Chrysotile in thin dust layers of matrix material. Anal Chem, 51:520?525, 1979.
- Lee, R.J., Strohmeier, B.R., Bunker, K.L., Orden, D.R.V Orden. Naturally occurring asbestos-A recurring public policy challenge, Journal of Hazardous Materials, 2008;153:1-21
- Millette, J.R., Asbestos: Analysis Methods, in Asbestos risk assessment, epidemiology and health effects(edited by Dodson, R.F., Hammer, S.P.), FL: Taylor&Francis.; 2006;9-31
- National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH)a : Asbestos and other fibers by PCM: 7400, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM) 4th ed., S. Department of HHS, 1994.
- National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH)b: Asbestos by TEM: 7402, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM) 4th ed., U.S. Department of HHS. 1994.
- National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH)c: Asbestos (bulk) by Polarized Light Microscopy (PLM): 9002, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM) 4th ed., U.S. Department of HHS. 1994.
- National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH): Method 7402. In NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards and Other Databases(DHHS [NIOSH]) Pub. No 2000-130. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2000
- National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH): Asbestos fibers and other elongated particles; state of the science and roadmap for research, DHHS. Cincinnati, Ohio: NIOSH, 2008
- New York State Department of Healtha, ELP A Item 198.1, Polarized-Light Microscope Methods for Identifying and Quantitating Asbestos in Bulk Samples, New York State Department of Health Environmental laboratory Approval Program Certification Manual, 2003.
- New York State Department of Healthb, ELP A Item 198.4, Transmission Electron Microscope Method for Identifying and Quantitating Asbestos in Non-Friable Organically Bound Samples, New York State Department of Health Environmental laboratory Approval Program Certification Manual, 1997.
- New York State Department of Healthc, ELP A Item 198.6, Polarized-Light Microscope Methods for Identifying and Quantitating Asbestos in Non-Friable Organically Bound Bulk Samples, New York State Department of Health Environmental laboratory Approval Program Certification Manual, 2006.
- NESHAP (National Emission Standards for Hazardous Air Pollutants), Asbestos NESHAP Revision, Final Rule, Fed. Reg., 55 (224), 48405, 1990.
- Occupational Safety and Health Administration(OSHA). OSHA ID-160, Asbestos in Air, OSHA, 1997.
- Occupational Safety and Health Administration(OSHA), OSHA ID-191, Polarized Light Microscopy of Asbestos, OSHA, 1994.
- Orden D.R.V., Allison, K.A., Lee, R.J., Determination of Asbestos Content of Serpentine Aggregate, CARB, Method 435, Sacramento, CA, 1991.
- Kremer, T., Millette, J.R., A Standard TEM Procedure for Identification & Quantification of Asbestiform Minerals in Talc, Microscope, Vol 38, 1990;457-469
- Perkins R.L., Point-Counting Technique for Friable Asbestos Containing Materials, Research Triangle Institute. Microscope, vol 38, 1990;29-39
- Perry, A., A Discussion of Asbestos Detection Techniques for Air and Soil, Environmental Protection Agency Office of Solid

- Waste and Emergency Response Office of Superfund Remediation and Technology Innovation Technology Innovation Program Washington, DC, 2004
- Pulleda S, Marconi A. Quantitative x-ray dif fraction analysis of four types of amphibolic asbestos by the silver membrane filter method. Intern. J. Environ. Anal Chem, 36:209 - 220, 1989.
- Samudra, A., Harwood, C.F ., and Stockham, J.D., Electron Microscope Measurement of Airborne Asbestos Concentration: A provisional Methodology Manual. EPA report 600/2-77-178, Environmental Protection Technology Series, available through National Technical Information Service (NTIS), Springfield, Va, 22161, 1978
- Santee K., and Lott, P .F., Asbestos Analysis: A review Applied spectroscopy reviews, Vol. 38, No. 3, 2003;355-394
- Schneider, T., Davies, L.S.T., Burdett G., Tempelman,J., Puledda,S., J ø rgensen,O., Buchanan, D., and Paoletti L., Development of a method for the determination of low contents of asbestos fibres in bulk material. Analyst, Vol. 123, 1998;1393-1400
- U.S. Pharmacopeia-National Formulary(USP32-NF27), U.S. Pharmacopeia, 2009; 302
- Van Orden, D.R., Allison, K.A., Lee, R.J., Dif ferentiating Amphibole Asbestos from Non-Asbestos in a Complex Mineral Environment, Indoor and Built Environment, V ol. 17, No. 1, 2008;58-68
- World Health Or ganization(WHO). Determination of airborne fibre number concentrations: A recommendee method, by phase-contrast optical microscopy (membrane filter method). 1997
- Wylie, A. G., Bailey , K. F., Kelse, J. W ., and Lee, R. J., The importance of width in asbestos fiber carcinogenicity and its implications for public policy . American Industrial Hygiene Association Journal, Vol 54, 1993;239-252
- Yamate, G., Agarwal, S. C. and Gibbons, R. D., Methodology for the measurement of airborne asbestos by electron microscopy . U.S. Environmental Protection Agency Report No. 68-02-3266. U.S.EPA, 1984