

결정형 산화규소의 표준시료 확보방안에 대한 연구

황은송 · 이은지 · 박해동*

한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원

A Study on Developing Reliable Standard Samples of Crystalline Silica

Eun-song Hwang · Eun-Ji Lee · Hae Dong Park*

Occupational Safety and Health Research Institute, KOSHA

ABSTRACT

Objectives: The purpose of this study is to establish a method for the production of standard samples of crystalline silica and to assess its feasibility for the future application in non-mandatory quality control.

Methods: We dispersed crystalline silica in 2-propanol to prepare a 1 mg/mL dispersion solution. Between 50–200 μ L of the dispersion solution was taken with a pipette, injected onto PVC filters, air-dried, and used as samples. The variation and homogeneity of the quartz concentrations were confirmed by FTIR analysis. Analytical proficiency testing was conducted across 30 voluntary participants.

Results: The coefficient of variation was lower for samples prepared using supernatant (settled for 16 hours) compared to those made with dispersion solution. The contamination level after using the pipette tip one to five times was 8.13–9.89% of the solution's concentration. Homogeneity was confirmed within the concentration of 0.0223–0.0431 mg/mL, but it was not at the higher concentration of 0.0553 mg/mL. In the analytical proficiency testing, the coefficient of variation for each level ranged from 24.6% to 28.3%, with a compliance rate of 90.0% to 96.7%.

Conclusions: This study was conducted to produce standard samples of crystalline silica. The homogeneity of the samples was confirmed at low concentrations. However, further investigations on the applicability of wider range of concentrations are needed.

Key words: Crystalline silica, standard sample, analytical proficiency test, quality control


I. 서 론


“작업환경측정 정도관리 등에 관한 고시”에 따르면 분석수탁은 해당 측정 시료를 분석할 수 있는 분석장비 등을 갖춘 다른 사업장 위탁측정기관이나 작업환경전문 연구기관 등에 시료 분석을 위탁 할 수 있다. 위탁을 받고자 하는 기관은 자율정도관리에 참여하여 적합판정을 받아야 한다. 현재 자율정도관리 항목으로는 결정형 산

화규소, 포름알데히드, 공기 중 석면, 무기산 분야가 있다(MoEL., 2020). 결정형 산화규소는 2018년도에 자율정도관리 항목으로 가장 먼저 시행되었으며, 포름알데히드와 공기 중 석면은 2020년도에, 무기산은 2021년도에 추가되었다.

자율정도관리 시행과 함께 작업환경측정 정도관리 시료 제작과 관련된 연구는 다양하게 수행되었다. 2018년도에는 자율정도관리 항목인 포름알데히드 시료의 제조

*Corresponding author: Hae Dong Park, Tel: 052-703-0883, E-mail: workenv@kosha.or.kr
Work Environment Research Bureau, Occupational Safety and Health Research Institute, Korea Occupational Safety and Health Agency, 400 Jongga-ro, Jung-gu, Ulsan 44429
Received: August 7, 2024, Revised: August 30, 2024, Accepted: September 24, 2024

 Eun-Song Hwang <http://orcid.org/0000-0003-3487-2096>

 Eun-Ji Lee <http://orcid.org/0009-0009-6547-8260>

 Hae Dong Park <http://orcid.org/0000-0002-3497-0369>

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

방법 및 시료의 안정성 확인을 위한 연구가 수행되었으며 (Park et al., 2018), 2019년도에는 자율정도관리 항목에 포함되지 않았지만 수동식 시료채취기와 관련된 연구가 수행되었다(Ro et al., 2019). 2020년도에는 무기산류 시료 제조와 관련된 연구를 실시하여 황산, 염산, 질산의 시료 제조 및 정도관리에 적용 가능성을 검토하였다 (Park et al., 2020). 위 연구에 따라 자율정도관리 항목 중 포름알데히드와 무기산은 산업안전보건연구원에서 자체적으로 제작하여 검증된 시료를 사용하고 있다. 그러나, 결정형 산화규소의 경우는 미국에서 운영하는 IHPAT (Industrial Hygiene Proficiency Analytical Testing Program)의 시료를 활용하여 현재까지 정도관리 시료로 사용하고 있다. Hayes et al.(2006)은 미국에서 수행하는 분석 능력 테스트를 위해 결정형 산화규소 시료 제조를 위한 연구를 진행하였다. 방법은 에어로졸 시료와 액체 시료, 두 가지 방법을 이용하여 시료를 제작하였으며 에어로졸 방법으로 제조한 시료가 액체 방법으로 제조한 시료보다 실험실간 변이가 더 낮았음을 확인하였다.

결정형 산화규소는 국제암연구소에서 인체에 암을 일으키는 물질(1A)로 지정하였으며, 사이클론을 이용하여 호흡성 분진으로 채취하여 평가한다(NIOSH, 2017). 국내의 결정형 산화규소를 측정하는 기관은 2018년도부터 2023년도 10월까지 170개소에서 192개소로 증가하였다. 결정형 산화규소에 관한 자율정도관리 참여 기관의 수는 최초 시행년도인 2018년도에 5개소에서 2023년도에는 40개소로 꾸준히 증가하는 추세이다. 자율정도관리 참여 기관수의 꾸준한 증가로 인하여, 결정형 산화규소 정도관리 시료의 자체 제작 필요성이 제기되었다. 이에, 본 연구를 통하여 결정형 산화규소 중 대표적인 물질인 석영 표준 시료의 자체 제작방법을 모색하고, 신뢰성을 담보하고자 하였다.

II. 연구방법

1. 시약 선정 및 농도 수준

시료 제조를 위한 시약은 결정형 산화규소 중 석영을 대상으로 N 시약, S 시약을 검토하였다. N 시약의 입자 크기는 $0.95 \sim 3.78 \mu\text{m}$ 사이이고 평균 입자 크기는 $1.59 \mu\text{m}$ 이다. S 시약의 입자 크기는 $0.5 \sim 10.0 \mu\text{m}$ 사이이며, 시약의 80%가 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 크기로 이루어져 있다. 그러나 N 시약의 경우, 제조가 중단되어 S 시약으

로 실험을 실시하였다.

시료제조 농도 수준은 IHPAT(에서 시행한 5년간 (2018~2022년)의 정도관리 시료의 기준값($0.0270 \sim 0.0251 \text{ mg/sample}$)을 참고하였다. 본 실험은 $0.02 \sim 0.2 \text{ mg/sample}$ 범위에서 실시하였다.

2. 시료 제조 방법

미국 국립직업안전보건연구원(National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH) Method 7602에 따르면 결정형 산화규소 채취에 사용되는 PVC 필터(직경 37 mm, 공극 크기 $5.0 \mu\text{m}$)를 사용하도록 권하고 있으므로 동일한 조건의 매체를 사용하였다. Hayes et al.(2006) 연구에서 액체 시료 제조 방법을 참고하여 시료를 제조하였다.

정도관리를 위한 시료의 제조는 두 가지 방식(전체 입자 사용, 작은 입자 사용)으로 수행하였다. 각 방식의 농도별 변이계수 수준을 비교하였다.

전체 입자를 사용하는 방식은 100 ml 유리 비이커에 2-propanol 50 ml와 S 시약 100 mg을 넣은 후, 시료 균질화장치(IKA T 10 basic ULTRA-TURRAX, Germany)를 이용하여 분산시켰다. 이를 다시 200 ml 비이커에 옮긴 후 2-propanol 50 ml를 추가하여 최종 100 ml에 100 mg 시약을 넣은 상태에서 1시간 동안 교반시켰다. 이후, 50, 100, 200 μl 를 피펫으로 분취하여 PVC 필터에 주입하고 상온에서 건조시켜서 시료를 제조하였다. 시료는 각각 5개 씩 제조하였다.

작은 입자를 사용하는 방식은, 2-propanol 50 ml와 100 ml에 각각 S 시약 100 mg을 넣고, 시료 균질화장치로 분산시키고, 이를 1시간 동안 교반하였다. 이후, 16시간 동안 정치시켜 무거운 입자는 가라앉게 하고 가벼운 입자들만 부유해 있는 상등액(전체용량의 약 80%)을 다른 비이커에 옮겨 담은 후 다시 교반시켰다. 1시간 후 교반을 멈추고 제조한 시약을 유리판에 분취 후 위상차현미경(Ni-U NIKON, Japan)을 통하여 시약이 적절히 분산되었는지와 시약의 크기를 확인하였다. 이를 PVC 필터에 70 μl 또는 100 μl 씩 분취한 후 자연 건조시켜서 시료를 제조하였다. 이때 오토피펫의 팁은 매번 교체하면서 사용하였다.

피펫팁의 오염도 실험은 작은 입자를 이용한 시료를 제조하여 실험을 실시하였음에도 일부 재현성 있는 결과를 보이지 않았기 때문에, 재현성 방해 원인을 찾기 위해 실시되었다. 피펫팁의 사용 횟수에 따른 오토피펫의 피펫

팁 오염도는 오토피펫에 피펫팁을 장착하고, 결정형 유리 규산 분산용액(1.0 mg/ml) 100 μ l를 재사용회수(1회, 2회, 5회)만큼 취하여 다른 용기로 옮기는 작업을 반복한 후, 2-propanol 100 μ l를 취하여 여과지에 주입하고 이를 분석하여 결정형 산화규소의 농도를 평가하였다. 해당 실험은 재사용회수별 각각 3회씩 실시하였다.

NIOSH Method 7602에 따라 결정형 산화규소를 분석하였으며, 시료를 채취한 필터를 600°C에서 회화한 후, 300 mg KBr에 섞어 펠렛을 만들어 퓨리에적외선 분광분석기(INVENIO R, Bruker, Germany)로 측정하는 방법을 사용하고 있다.

분석결과와 통계적 분석은 SPSS(29.0, IBM, USA) 프로그램을 이용하였다. 자료분포의 정규성을 확인한 후, 95% 신뢰수준에서 일원배치분산분석을 수행하였다.

3. 시료의 균질성 평가 방법

작은 입자를 사용하는 방식으로 제조한 표준시료의 분석결과를 이용하여 시료의 균질성 여부를 평가하였다. KS Q ISO 13528의 “시험소 간 비교 숙련도시험용 통계적 방법”에 있는 균질성 점검에 대한 평가기준에 따라 확인하였으며, 기준은 아래와 같다.

$$s_s \leq 0.3\sigma_{pt}$$

s_s : 표본-간 표준편차

σ_{pt} : 숙련도 평가를 위한 표준편차

표본-간 표준편차는 본 실험의 분석결과에서 도출된 값을 사용하였으며, 숙련도 평가를 위한 표준편차는 과거 IHPAT 결과 중 본 실험과 유사한 농도에 해당하는

샘플에 대한 값을 가져와서 비교하였다.

4. 분석숙련도 평가

지정측정기관 중 2023년도에 결정형 산화규소 자율항목 정도관리에 참여한 기관 40개소 중 분석에 참여 의사를 밝힌 기관을 대상으로 분석숙련도 평가를 실시하였다. 숙련도 평가는 2회 실시되었으며 1차, 2차 모두 30개소가 참여하였다. 1차, 2차 모두 기관에 2개씩 시료를 보냈으며, 총 4개 시료를 송부하였다.

참여기관의 분석결과는 Grubb's test를 통하여 이상값을 제거한 다음 평균값을 구하였다. IHPAT의 적합범위 산정기준에 따라 변이계수(CV)가 20%를 넘을 경우, 변이계수는 20%로 적용하여 표준편차를 구하였다. 평균값을 기준값으로 하고, 기준값에 3배의 표준편차 값을 더한 값과 뺀 값을 적합범위로 선정하였다.

III. 결 과

1. 제조방법 비교

1) 전체 입자/작은 입자 비교

전체 입자를 모두 사용하여 제조한 시료의 분석결과 분취량별 변이계수는 6.71~15.7%였으며, 분취량이 많을수록 변이계수가 크게 나타났다. 또한, 분취량이 많을수록 이론적인 농도에 대한 회수율이 낮게 나타났다(Table 1).

작은 입자만 취하여 제조한 시료를 70, 100 μ l 씩 PVC 필터에 분취하여 확인한 결과, 분취량에 따라 변이계수는 4.80~6.09%를 보였다(Table 1). 다만, 작은 입자만 취하여 제조한 시료는 정확한 이론농도를 알 수 없으므로 회수율을 평가할 수는 없었다.

Table 1. Results according to concentrations and preparation methods

Type	Sol' con.* (mg/mL)	Inject vol (μ l)	n [†]	Theoretical con. (mg/sample)	Analytical con. (mg/sample)	SD [‡]	CV [§] (%)	Recovery rate (%)
Total size particle	1	50	5	0.050	0.052	0.0035	6.71	104.0
		100	5	0.100	0.094	0.0080	8.56	94.0
		200	5	0.200	0.159	0.0250	15.7	79.5
Small size particle	(1)	70	30	—	0.0223	0.0013	5.65	—
		100	29	—	0.0350	0.0017	4.80	—
	(2)	70	30	—	0.0431	0.0025	5.88	—
		100	28	—	0.0553	0.0034	6.09	—

*Sol' con.: concentration of dispersed solution, [†]n: number of samples, [‡]SD: standard deviation, [§]CV: coefficient of variation, ^{||}(1),(2): after dispersing 100 mg of crystalline silica in 100 or 50 mL of 2-propanol, only the supernatant used

2) 피펫팁 재사용 횟수에 따른 오염도 비교

피펫팁의 재사용 횟수에 따른 팁에 남아있는 결정형 산화규소의 평균 농도는 1회 분취 시 0.0117 mg, 2회 분취 시 0.0097 mg, 5회 분취 0.0118 mg이 검출되었다 (Figure 1). 일원배치분산분석결과 재사용횟수에 따른 오염도 값은 유의한 차이는 없었다($p=0.162$). 또한, 사용횟수 증가에 따른 경향성도 보이지 않았다. 유의한 차이는 없었으나, 2회 사용시 오염수준과 변이정도가 가장 낮았다. 동일한 방식으로 제조한 시료 농도(평균농도 0.1193

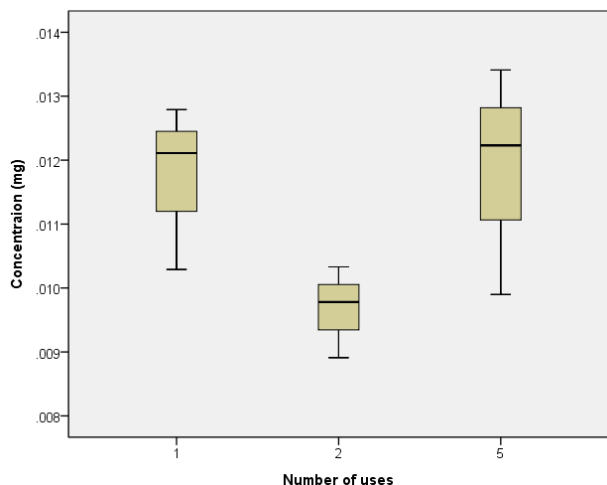


Figure 1. Contamination levels in the tips of auto-pipettes by the number of reuse cycles

mg/sample)의 9.18%, 8.13%, 9.89%에 해당하는 수준이었다.

2. 표준시료의 균질성 평가

작은 입자를 사용하고 피펫팁을 매번 바꿔 가면서 제작한 시료를 분석한 결과, 평균농도는 0.0223~0.0553 mg/sample 수준이었으며, 변이계수는 4.80~6.09%였다. KS Q ISO 13528에 따른 시료의 균질성 확인은 표본-간 표준편차는 제조된 시료, 숙련도 평가를 위한 표준편차는 IHPAT의 시료 농도 중 유사한 농도의 표준편차를 적용하였다. 평균농도 0.0223~0.0431 mg/sample 범위의 시료에서 표본-간 표준편차(s_s)는 숙련도 평가를 위한 표준편차(σ_{pt})의 0.3배보다 낮은 값을 보여 균질성이 확보된 것으로 평가되었다. 그러나, 가장 높은 농도인 0.0553 mg/sample 시료에서는 표본-간 표준편차가 더 크게 평가되어 시료의 균질성이 확보되지 않았다.

3. 분석 숙련도 평가 시료

균질성이 확인된 표준시료 농도 수준에서 총 4개의 레벨을 제조하여 30개의 참여기관에 배포하여 분석하고, 동일한 시료를 연구원에서 10개씩 분석하여 값을 비교하였다. 1차에서 두 레벨 모두 30개의 기관에서 제출한 결과 값에서 이상값 2개를 제외하고 28개 시료에 대하여 분석 값을 사용하여 적합범위를 산정하였다. 2차 송부 결과,

Table 2. Verification of sample homogeneity

Average con. (mg)	SD* (ss)	CV† (%)	IHPAT reference value (mg)	IHPAT SD* (σ_{pt})	$0.3\sigma_{pt}$
0.0223	0.00126	5.65	0.0270	0.0048	0.00145
0.0350	0.00168	4.80	0.0325	0.0065	0.00195
0.0431	0.00253	5.88	0.0460	0.0092	0.00276
0.0553	0.00336	6.09	0.0559	0.0106	0.00317

*SD: standard deviation, †CV: coefficient of variation

Table 3. Analysis results of proficiency testing according to samples

Sample name	n	Ref*±SD† (mg/sample)	CV† (%)	Lower limit (mg/sample)	Upper limit (mg/sample)	Lab AM§ (mg/sample)	Ratio (Lab AM/Ref)	Outlier (n)	Acceptable rate (%)
Level 1	30	0.0252±0.0050	27.4	0.0102	0.0402	0.0294	1.17	2	93.3
Level 2	30	0.0340±0.0068	26.0	0.0136	0.0544	0.0352	1.03	2	93.3
Level 3	30	0.0467±0.0093	24.6	0.0188	0.0746	0.0449	0.96	1	96.7
Level 4	30	0.0237±0.0047	28.3	0.0096	0.0378	0.0292	1.23	1	90.0

*Ref: reference value(arithmetic mean), †SD: standard deviation, ‡CV: coefficient of variation, §Lab AM: arithmetic mean by Occupational Safety and Health Research Institute

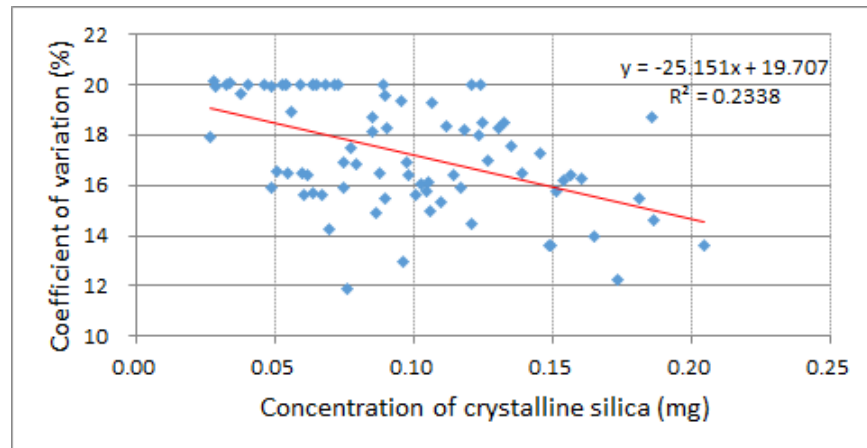


Figure 2. Reference values and coefficient of variations of IHPAT samples over five years

30개 기관의 결과값 중 이상값 1개를 제외하고 29개 시료에 대한 결과를 분석하였다(Table 3.).

참여기관에서 분석한 결과값의 변이계수는 24.6~28.3% 수준으로 모두 20%를 초과하였다. 이에, IHPAT의 기준에 따라 변이계수가 20% 넘는 부분은 20%로 변경하여 표준편차를 산출하고 이를 적용하여 적합범위를 산정하였다. 참여기관에서 제출한 값의 기준값은 0.0237~0.0467 mg/sample이었다. 연구원에서 분석한 결과는 0.0292~0.0449 mg/sample이었으며, 참여기관의 분석값과 비교하여 0.96~1.23배 수준이었다. 참여기관의 분석값을 기준으로, 농도가 낮을수록 연구원의 분석값과 차이가 크게 나타났다. 레벨별 적합률은 90.0~96.7% 수준이었으며, 농도가 높을수록 높은 적합율을 보였다.

IV. 고 찰

결정형 산화규소의 종류로는 석영(quartz)과 크리스토파이트(cristobalite), 트리디마이트(tridymite)가 있으며, 이 중 가장 흔한 형태는 석영이므로 이를 기준으로 표준 시료를 제조하였다. 기존에 IHPAT에서 시료 제조에 사용된 결정형 산화규소 시약은 N 시약으로 입자 크기가 0.95~3.78 μm 사이이고 평균 입자 크기는 1.59 μm 이나, 더 이상 해당 시약을 제조하지 않는다는 한계로 인하여 본 연구에서는 S 시약을 사용하였다. S 시약 입자 크기는 0.5~10.0 μm 범위로 입자의 크기가 N 시약보다 더 다양하게 존재하고 있어 이는 시료 분석결과의 변이계수에 영향을 미칠 수 있을 것으로 생각된다.

IHPAT에서 실시한 분석숙련도평가의 결정형 산화규소(석영) 농도를 검토한 후, 시료 제조 농도 수준을 결정하

였다. 2018년부터 2022년까지 5년간 IHPAT 자료를 확인한 결과, 20개 라운드가 실시되었으며, 시료의 수는 라운드당 4개 레벨로 총 시료의 수는 80개였다. 결정형 산화규소의 농도는 0.0270~0.2051 mg/sample 이었다. IHPAT 시료의 기준값과 변이계수를 그래프로 나타냈다(Figure 2). IHPAT에서는 변이계수를 최대 20%까지만 인정하므로, 그래프에서 변이계수가 20%로 표현된 자료의 실제 변이계수는 이보다 높아서 조정된 값으로 볼 수 있다. 변이계수 20%에 해당하는 값들이 낮은 농도에 많이 분포하고 있음을 확인할 수 있다. 이로 인하여 상관계수는 0.23 수준으로 낮게 분석되었으나, 농도가 높을수록 변이계수가 낮아지는 경향을 확인할 수 있다.

국내 측정기관이 결정형 산화규소를 평가할 때 주로 2.5 L/min으로 360분간 측정하므로, 이를 가정하여 IHPAT 시료 농도를 공기 중 농도로 환산하면 0.030~0.228 mg/m^3 수준이며, 이는 노출기준 0.05 mg/m^3 의 0.6~4.6배에 해당하는 농도이다. IHPAT의 '18~'20년에 수행된 12개 라운드의 라운드별 가장 낮은 농도의 평균은 0.0594 mg/sample이었으며, '21~'22년의 8개 라운드의 라운드별 가장 낮은 농도의 평균은 0.0318 mg/sample 이었다. 2003-2013년에 수행된 IHPAT 프로그램에서 0.040 mg 미만의 시료는 변이를 증가시킬 수 있으므로 사용되지 않았으나, 시료채취방법의 변화없이 노출기준이 낮아진다면 더 낮은 농도수준의 시료가 필요할 것으로 보고된 바 있다(Harper et al., 2014).

결정형 산화규소 시약의 전체 입자를 사용하는 방법보다 무거운 입자를 가라앉히고 가벼운 입자만 취한 뒤 매번 파렛팅을 바꿔가면서 시료를 제조한 결과가 더 낮은 변이계수를 보였고, 이후 이 방법을 적용하였다. 제조된 시료

의 농도수준은 0.0223~0.0553 mg/sample 이었으며, 변이계수는 6.1% 미만이었다. KS Q ISO 13528에 따른 균질성 확인을 위하여, 실험결과와 비슷한 농도수준의 IHPAT 결과값을 비교하였다. 0.0431 mg/sample 이하의 농도에서는 실험결과의 표준편차가 기준(IHPAT 결과 표준편차의 0.3배($0.3\sigma_{\text{pl}}$))보다 낮은 값을 보여 균질성을 만족하였다. 그러나 가장 높은 농도에서는 균질성을 만족하지 못하였다. 0.0553 mg/sample이 0.0431 mg/sample과 농도 차이가 크게 나지 않음에도 균질성을 만족하지 못하였는데, 이에 따른 명확한 원인을 찾을 수는 없었다. 그러나 높은 농도에서 균질성을 만족하는지에 대한 추가적인 실험을 통하여 확인이 필요하다.

국내 12개 기관을 대상으로 숙련도평가를 실시한 결과, 이상값을 제거한 후 변이계수는 8.6~15.7%였으며 (Kwon et al., 2017), 이는 보다 낮은 농도수준에서 수행된 본 연구의 숙련도평가에서 이상값을 제거한 후 변이계수 24.6~28.3%보다 낮은 수준이었다. 과거 IHPAT (1990~1998)에서도 변이계수가 25~35%까지 있었으며 (Eller et al., 1999), 본 연구결과는 이와 비슷한 수준인 것으로 판단된다. 다만, Eller 등의 연구에서는 3가지 분석법(FTIR, XRD, Colorimetric)이 혼용된 상태였으므로, FTIR만 사용되는 국내 여건과는 차이가 있었다.

자율정도관리 중 결정형 산화규소 분야에 참여하는 기관을 대상으로 분석숙련도 평가를 실시한 결과, 30개 참여기관의 분석 결과의 변이계수는 20%를 모두 초과하였다. 연구원의 기준값은 참여 기관의 기준값의 0.96~1.23 배였으며, 기준값은 유사한 수준인 것으로 생각된다. 분석숙련도 평가에 참여한 30개 기관은 전국적으로 분포하고 있고, 2회에 걸쳐서 평가가 이루어졌다. 그러므로, 제조된 시료의 운송과정 중에 발생할 수 있는 에러 요인에 대해서도 본 연구의 결과값에 반영되어 평가되었으므로, 향후 정도관리 운영에 문제는 없을 것으로 판단된다.

IHPAT의 중금속 시료의 실험실간 변이가 4~6%를 보이며, 유기용제의 경우 4.5%에서 최대 12.5%의 변이를 보이는 것과 비교하면, 결정형 산화규소 시료의 변이가 크다는 것을 확인 할 수 있다. 변이계수가 큰 것은 물질별 분석 특성에 기인하는 부분도 있지만, 한편으로는 분석숙련도 평가 도입이 필요함을 의미하기도 한다. 138개 실험실을 대상으로 조사한 바에 따르면, 규칙적인 질관리(예, 정도관리 참여, 실험실 인증)가 분석능력향상과 관련이 있다고 하였다(Maciejewska, 2006). 분석 실험실의 증가와 분석 농도수준의 감소에도 불구하고 IHPAT 참여기

관들의 분석능력은 향상되는 경향을 보였는데, 이는 향상된 분석방법과 함께 PAT 및 실험실 인증프로그램이 중요한 역할을 한 것으로 보고된 바 있다(Abel & Doemeny, 1991). 국내에 도입된 자율항목 정도관리도 참여기관의 분석 능력향상에 기여할 수 있을 것으로 생각한다.

NIOSH 7602와 ISO method에서는 간섭물질(interferences)이 시료에 포함되어 있을 때에는 분석시 주의를 요하고 있다. 그 이유는 간섭물질로 인해, 결정형 산화규소의 농도가 과대평가 또는 과소평가될 수 있기 때문이다. 이로 인해 미국 IHPAT 정도관리 시료에서도 매 회차 마다 일부 주요 간섭물질을 섞어 시료를 제작하고 있다. 따라서 향후 국내 자율정도관리 시료에서도 주요 간섭물질을 포함한 시료 제작을 위한 연구도 필요하다.

본 연구에서 제조된 시료의 농도는 0.02~0.06 mg/sample로 제한적이었다. 이보다 저농도 및 고농도에 대한 검토가 필요할 것으로 생각된다. 또한, 일부 실험은 반복 횟수가 3회와 5회로 적었는데, 통계적 분석의 신뢰성 향상을 위해서는 충분한 반복분석이 필요할 것으로 생각된다. 그럼에도 불구하고, 현재까지 수입에만 의존하고 있는 정도관리를 결정형 산화규소 시료에 대해서, 제한된 농도범위이지만 자체적으로 제조하고 활용할 수 있는 근거를 마련하였으므로 의의가 있겠다.

V. 결 론

본 연구는 자율정도관리의 한 분야인 결정형 산화규소 표준시료를 자체적으로 제작·사용하기 위하여 제조방법을 확인하고 균질성 등 적용 가능 여부를 확인하고자 하였다. 일부 저농도 수준에서 제조된 시료들은 표준시료로서 균질성을 만족하는 것으로 나타났으나, 고농도의 시료에 대해서는 추가적인 연구가 필요할 것으로 생각된다. 또한, ACGIH TLV가 0.025 mg/m³인 것을 고려하여 보다 낮은 농도의 정도관리 시료개발 및 적용에 대해서도 연구가 필요할 것으로 생각된다.

References

- Abell MT, Doemeny LJ. Monitoring the performance of occupational health laboratories. *Am Ind Hyg Assoc J* 1991;52(8):336-339 (<https://doi.org/10.1080/15298669191364839>)
- Eller PM, Feng HA, Song RS, Key-Schwartz RJ, Esche CA

- et al. Proficiency analytical testing(PAT) silica variability, 1992–1998. *Am Ind Hyg Assoc J* 1999; 60(4):533–539 (<https://doi.org/10.1080/00028899908984475>)
- Harper M, Sarkisian K, Andrew M. Assessment of respirable crystalline silica analysis using proficiency analytical testing results from 2003–2013. *J Occup Environ Hyg* 2014;11(10):157–163(<https://doi.org/10.1080/15459624.2014.930561>)
- Hayes T, Parish H, Key-Schwartz R. An evaluation of aerosol and liquid generated silica samples for proficiency analytical testing. *J ASTM Int* 2006; 3(6):1–13 (<https://doi.org/10.1520/JAI12243>)
- Kwon JW, Jang KH, Hwang ES, Kim KW. A study on the reliability of respirable crystalline silica measurements. OSHRI Research Report 2017
- Maciejewska A. Analysis of the competences of workplace inspecting laboratories for the determination of free crystalline silica(FCS), based on proficiency testing results. *Med Pr* 2006;57(2):115–122
- Ministry of Employment and Labor(MoEL). Notice for assessment of work environment monitoring and quality control. MoEL 2020–44
- Ministry of Employment and Labor(MoEL). Silica, respirable crystalline, by IR(KBr pellet), NMAM Method 7602, Issue 4 2017
- National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). Silica, crystalline, by XRD(filter redeposition), NMAM Method 7500, Issue 4 2003
- Park HD, Jang MY, Park SH. A study to introduce an autonomous item for the quality control program in the industrial hygiene(1)–Formaldehyde. OSHRI Research Report 2018
- Park HD, Park SH. A study on the autonomous items of quality control for management of analysis entrusted organizations according to the revision of the OSH Act–Inorganic acids. OSHRI Research Report 2020
- Ro JW, Park SH, Jang MY, Jo HM. A study to introduce an autonomous item for the quality control program in the industrial hygiene(2)–Passive sampler. OSHRI Research Report 2019

<저자정보>

황은송(과장), 이은지(대리), 박해동(연구위원)