

석면-편광현미경법

2010

(Asbestos-Polarized Light Microscope Method)

1.0 개요

1.1 목적

편광현미경과 입체현미경을 이용하여 고체 시료중 석면의 특성을 관찰하여 정성과 정량분석을 하기 위한 것이다.

1.2 적용범위

고형폐기물을 포함한 건축자재의 분석에 사용되며 유기 및 무기성분의 조합으로 된 모든 석면함유 물질에서 석면 유무를 판단할 수 있다. 편광현미경으로 판단할 수 있는 석면의 정량범위는 1 ~ 100 % 이다.

1.3 간섭물질

고형 시료의 유기물과 무기물은 석면섬유와 뒤섞이거나 석면섬유를 감싸고 있어 석면고유의 광학적 특성(색상, 굴절률 등)을 방해하여, 석면 광물 조성을 확인하고 정량하는데 방해물질이 될 수 있다. 따라서 분석실험 전처리 과정에서 시료 중 방해되는 유기물과 무기물을 필요시 7.3.2.1 ~ 7.3.2.3과 같이 회화, 염산, 용매 처리방법을 선택하여 간섭물질을 제거한다.

2.0 용어정의

2.1 굴절률(refractive index)

물질(시료)에 빛의 투과시 빛의 속도와 진공에서 빛의 속도 비를 말하며 이는 파장과 온도에 따라 변한다.

2.2 색

편광현미경의 개방니콜(single polar 또는 open nicole)상에서 섬유나 미립자의 색을 말한다.

2.3 다색성(pleochroism)

편광현미경의 개방니콜 상에서 재물대를 회전시켰을 때 회전각에 따라 나타나는 섬유나 미립자 색의 변화를 말한다.

2.4 형태(morphology)

섬유나 미립자의 모양, 결정구조, 길이 짧음 등을 말한다.

2.5 갈라지는 성질(cleavage)

원자들의 결합이 약해서 일정한 방향으로 쪼개지거나 갈라지는 성질을 말한다. 모든 석면섬유는 한쪽 방향으로의 완전한 방향성을 가지고 있다.

2.6 간섭색

상광선과 이상광선의 상호작용에 의해서 나타나는 색으로 미립자의 두께와 방향에 따라 다양하게 나타나며 광물 자체의 색은 아니다.

2.7 간섭상

편광경(conoscope) 장치(bertrand lens를 넣었을 때)를 했을 때 빛의 간섭이 나타나

는 현상으로, 광축의 수량에 따라 일축성과 이축성으로 나눌 수 있고, 각각 결정의 광학적 방향성에 따라 양(+) 또는 음(-)의 간섭상으로 나누어진다.

2.8 신장율(elongation) 부호

편광현미경의 직교니콜(crossed polars 또는 crossed nicol)상에서 보정판(The First-Order Red Compensator)을 삽입했을 때 평행 굴절률($n_{\parallel}$)과 수직 굴절률($n_{\perp}$)의 크기에 따라 “양(+)” 또는 “음(-)”의 신장률 부호를 나타내는데 굴절률의 크기가 $n_{\parallel} > n_{\perp}$ 일 경우 “양(+)”, 굴절률의 크기가 $n_{\parallel} < n_{\perp}$ 일 경우 “음(-)”의 부호이다. 보통, 청색이 북동-남서이고, 오렌지색이 북서-남동의 방향을 가리키고 있다면 양(+)의 신장률 부호를 의미한다. (청색면은 음(-)의 신장률 부호, 백색면 등 5가지 색면은 양(+)의 신장률 부호를 갖는다.)

2.9 소광(extinction)

편광현미경의 직교니콜 상에서 이방성의 섬유나 미립자가 가장 어두워져 보이지 않는 현상을 말한다. 이방성의 섬유나 미립자의 갈라지는 성질(cleavage)과 접안렌즈의 십자선을 일치시킨 후 재물대를 회전시켜 광물이 없어질(가장 어둡게 될) 때의 사이각을 소광각이라고 한다.

2.10 복굴절(birefringence; B')

이방성 광물에 빛이 투과될 때 최대 굴절률과 최소 굴절률의 차이이다. 즉 높은 굴절률 값에서 낮은 굴절률 값을 뺀 값($n_{\parallel} - n_{\perp}$)이다. 또는 이 복굴절은 방해과장(retardation; ‘R’)과 두께(thickness; ‘T’)로부터 구할 수 있으며, 이 값은 미셸-레비도표(The Michel Levy Chart)를 통해 $B=R/1,000T$ 의 수식으로 구할 수 있다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 편광현미경

100 ~ 400배율

3.1.1 대물렌즈

배율 10, 20, 40배 또는 이와 동등한 것

3.1.2 접안렌즈

배율 10배 이상인 것

3.1.3 십자선 접안렌즈(retic eyepiece)

십자선이 있는 것

3.1.4 분산염색 대물렌즈 또는 이와 동등한 것

3.1.5 보정판(the first order red plate compensator 또는 bertrand lens)

약 (550 ± 20) nm

3.1.6 재물대(stage)

360° 회전가능

3.1.7 상부 편광판(analyzer)

3.1.8 하부 편광판(polarizer)

3.2 입체 현미경

배율 10 ~ 45배 이상

3.3 작업후드 또는 글로브 박스

헤파필터(HEPA filter)가 설치된 장치

3.4 기구

3.4.1 시료 용기

10 ~ 50 mL 부피의 나사마개 있는 플라스틱 용기

3.4.2 막자와 막자사발 또는 저속 핸드드릴

저속의 전동방식

3.4.3 체(sieve)

425 μm , 500 μm

3.4.4 핀셋, 바늘, 약순가락, 외과용 칼

시료를 고정, 절단, 이동용

3.4.5 투명종이(Glassine paper) 또는 깨끗한 유리판

시료 작업판용

3.4.6 현미경용 슬라이드 유리

75 × 25 mm 이상

3.4.7 현미경용 커버 유리

18 × 18 mm 이상

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 염산(hydrochloric acid, HCl, 분자량 : 36.46)

4.1.2 아세트산(acetic acid, CH₃COOH, 분자량 : 60.05)(선택사항)

4.1.3 유기용매(선택사항)

4.1.3.1 테트라하이드로퓨란(tetrahydrofuran(THF), C₄H₈O, 분자량 : 72.11)

4.1.3.2 산화프로필렌(propylene oxide, C₃H₆O, 분자량 : 58.08)

4.1.3.3 톨루엔(toluene, C₆H₅CH₃, 분자량 : 72.11)

4.1.4 분산염색을 위한 굴절시약(refractive index, RI liquids)

4.1.4.1 석면 분석을 위한 주 굴절시약의 굴절률

1.550, 1.605, 1.620 1.680, 1.700

4.1.4.2 필요에 따라 다른 섬유와 비교 정성분석하기 위한 굴절시약의 굴절률

1.460, 1.500, 1.532, 1.540, 1.544, 1.556, 1.572, 1.588, 1.604, 1.608, 1.612, 1.615, 1.616,
1.630, 1.635, 1.636, 1.640, 1.660, 1.662, 1.670, 1.705

4.2 표준용액

4.2.1 석면 표준 시료(standard reference material)

순수한 석면 또는 농도가 명시된 시판용 표준시료

[주 1] NIST(national institute of standards and technology)의 1866b, 1867a 등

5.0 시료채취 및 관리

5.1 안전사항

5.1.1 시료의 채취는 미세한 석면 섬유를 차단할 수 있는 HEPA(HEPA)필터류가 설치된 마스크와 보호복 등 모든 보호 장비를 구비한 후 채취한다.

5.1.2 시료의 채취는 물을 분무하는 등 가능한 섬유발생이 적도록 조치하거나 섬유방출이 많은 고속드릴을 사용하거나 망치로 분쇄하는 등의 채취방법은 피한다.

5.2 시료의 채취

5.2.1 일반적 요령

5.2.1.1 시료 채취의 일반적 요령은 ES 06130.c 시료의 채취 3.1에 따른다.

5.2.1.2 여러 개의 시료를 채취 시 서로 오염의 영향을 주지 않도록 채취도구나 보호 장비 등의 사용에 주의를 기울인다.

5.2.2 채취도구

5.2.2.1 채취도구는 석면 의심 함유 재질의 일부를 절단할 수 있는 도구와 집게 및 시료가 날리지 않게 밀봉할 수 있는 용기를 준비한다.

5.2.2.2 여러 시료를 채취할 때는 서로 오염이 없도록 충분한 숫자의 채취도구를 준비하거나 안전하고 깨끗한 세척과정을 거쳐 사용한다.

[주 2] 세척과정은 HEPA필터가 설치된 후드 안에서 공기 흡입방식과 물에 젖은 종이 또는 헝겊으로 세척 작업을 병행한다. 물로 세척하는 경우에는 물에서 석면을 제거하는 시설 또는 장치를 갖추어야 한다.

5.2.3 시료용기

시료 용기에 대한 사항은 ES 06130.c 시료의 채취 중 2.1에 따른다.

5.2.4 발생원에 따른 시료의 채취방법

5.2.4.1 건축 또는 시설물에서 직접 채취하는 하는 경우

대상 건물 또는 시설 단위별로 재질의 용도와 형태별로 구분하여 한번에 일정량씩을 채취한다.

5.2.4.2 건축 또는 시설물의 재질이 혼합되어 있는 경우

폐기물 처리를 위해 적재되어 있는 곳이나 운반 단위별로 석면 함유가 의심되는 재질을 선택하여 한번에 일정량씩을 채취한다.

5.2.4.3 제조 또는 가공 공정에서의 경우

제조 또는 공정단위별로 발생 폐기물을 채취한다.

5.2.4.4 석면함유 의심 폐제품의 경우

5.2.4.4.1 소형크기

제품별로 채취하고 채취자가 시료량이 부족하다고 판단하는 경우에는 가능한 경우 2개 이상을 채취한다.

5.2.4.4.2 대형크기

제품별로 채취하되 시료의 무게나 형태로 인해 운반의 어려움 등이 있어 제품별로 채취하기가 곤란할 경우에는 석면 함유가 의심되는 재질을 별도로 분리하여 채취한다.

5.2.4.5 매립 또는 폐기된 폐기물의 경우

발생단위별로 석면 함유가 의심되는 재질들을 선별하여 한번에 일정량씩을 채취한다.

5.2.5 시료의 양

시료의 양은 1회에 최소한 면적단위로는 1 cm^2 , 부피단위로는 1 cm^3 , 무게단위로는 2 g 이상 채취한다.

5.2.6 시료의 수

5.2.6.1 건축 또는 시설물의 경우, 재질의 용도와 형태별로 구분하여 시료의 수는 부록 표 1에 따른다.

5.2.6.2 폐기물의 생성 또는 처리되는 공정이 적정하게 관리되고 있으며 성상이 균일할 경우에는 임의의 시료를 채취할 수 있다.

5.2.6.3 폐기물이 적재되어 있는 곳이나 운반차량에서 시료를 채취할 경우에는 적재 폐기물중 석면 함유가 의심되는 재질을 선택하여 시료를 채취하고 채취 개수는 ES 06130.c 시료의 채취 중 3.7.3에 따른다.

5.2.7 시료의 보관

5.2.7.1 채취 시료는 수분 등의 영향으로 재질의 변화가 일어나지 않도록 고온다습한 곳을 피하고 상온에서 보관한다.

5.2.7.2 채취 시료는 공기 중으로 비산되지 않도록 밀폐용기 또는 헤파 필터가 설치된 후드 안에서 보관한다.

5.2.7.3 시료는 가급적 지정된 장소에 보관한다.

5.2.8 시료의 폐기

5.2.8.1 실험실에서 폐기되는 석면 함유물질이나 석면으로 오염된 폐기물은 별도의 장소에 모아 폐기한다.

5.2.8.2 석면 폐기물은 처리량을 고려하여 주기적으로 처리한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 교육

분석 담당자에 대한 정기적인 교육이나 관련 정보교환 활동을 통해 석면에 대한 지식과 경험을 쌓도록 한다.

6.2 실험기기, 기구 및 시약의 관리

6.2.1 실험 기기의 관리

현미경을 사용하기 전에 현미경 일치성(alignment) 확인을 해야 한다. 이는 1)하부 편광판(polarizer)과 상부 편광판(analyzer)의 90도 일치, 2)십자선(eyepiece reticle 또는 crossed hair line)의 일치, 3)보정판(the first order red plate compensator)의 진동방향의 적절한 일치, 4)시료의 상이 조리개 안에서 적절하게 중심 초점이 맞추어졌는지의 일치, 5)중심조정(centering) 등이 있다.

6.2.2 현미경과 부속품

현미경과 부속품은 최소 1년에 1회 이상 광원의 밝기, 집광장치, 배율 등의 전문적인 기술 서비스를 받아 전체적으로 청소를 하고 재조정이 필요하다.

6.2.3 실험 기구의 관리

석면분석 전 사용되는 분석기구, 분석 장비에 대한 오염여부를 항상 점검한다. 슬라이드와 커버글라스를 렌즈티슈로 닦고, 핀셋, 막자, 막자사발, 집게 등의 석면 오염을 확인하여 분석일지에 그 결과를 기록한다.

6.2.4 실험 시약의 관리

굴절률 시약은 굴절률 측정기 등을 이용하여 주기적으로 그 굴절률을 확인하여 기

록한다.

6.3 내부 정도관리

6.3.1 정성분석

석면분석자는 편광현미경과 입체현미경을 사용하여 6가지 종류(표 3)의 석면을 정확히 구분할 수 있어야 한다. 따라서 분석자는 6가지 종류의 표준시료를 최소 1년 주기로 분석한다.

6.3.2 정량분석

정량분석은 부피법, 면적법, 무게법의 세 가지 방법이 있다. 표준물질 도표를 준비하고 비교하여 정량한다.

6.4 외부 정도관리

인증된 다른 석면분석기관간의 교류를 통하여 서로간의 분석능력을 확인하고 검증하며 분석역량을 유지·개발한다.

7.0 분석절차

7.1 전처리

7.1.1 건조

7.1.1.1 채취한 시료는 조제하기 전 가열등, 가열판, 건조기 등을 사용하여 온도를 60 ℃ 이하로 2시간 이상 건조한다. 건조는 안전하게 HEPA필터가 설치된 후드 내에서 수행한다.

7.1.1.2 채취한 시료가 육안 상 젖어 있다면 시료를 조제하기 전 가열등, 가열판, 건조기 등을 사용하여 온도를 60 ℃ 이하로 24시간 이상 건조한다. 건조는 안전하게 HEPA필터가 설치된 후드 내에서 수행한다.

7.1.1.3 시료조제나 전처리 후 물에 젖어있는 시료는 용기에 담아 건조기에 넣고 온도를 105 ~ 110 °C를 유지하여 4시간 이상 건조한다.

7.1.2 시료와 섬유함유 여부 관찰

후드 내에서 입체 현미경(10 ~ 45배)을 통하여 시료의 표면 또는 보이는 내부의 섬유를 검사한다. 필요한 경우 외과 의술용 칼, 핀셋, 집게, 니퍼, 막자와 막자사발 등을 이용하여 시료를 절단하거나 부수어서 관찰한다. 이때, 시료의 균일 여부, 섬유의 존재여부, 섬유의 색과 형태, 비산 여부를 판단한다.

7.1.2.1 뚜렷한 분리 층이 있으면 각 층을 분리하여 섬유함유 여부를 관찰한다.

7.1.2.2 얇은 비분리 층을 가진 단단한 타일은 대표성 있는 시료를 얻기 위해 모든 층을 관통하여 자르고 섬유함유 여부를 관찰한다.

7.1.2.3 시료가 단단하여 절단이 불가능하거나 균등하지 않아 현미경으로 섬유를 관찰하기 어려울 때는 핀셋, 가위, 집게, 막자와 막자사발 등을 이용하여 시료를 부수고 갈아서 골고루 섞은 후, 관찰하려는 섬유를 중심으로 각 형태별로 일정량을 취해 관찰한다. 시료를 분쇄할 때, 섬유의 특성이 파괴되지 않도록 주의한다.

7.1.2.4 시료 속에 있는 접착제나 타르 등 방해 물질을 제거하기 위해 시료의 일부를 유기용매 또는 산 처리 하거나, 석면입자의 변형이 이루어지지 않는 온도에서 시료를 태운다.

7.1.3 균일화

정량평가를 위해 시료의 입자크기를 425 ~ 500 μm 범위로 분쇄를 한다. 상온에서 분쇄가 어려울 경우에는 액체질소로 냉각하여 분쇄한다.

7.1.4 굴절시약의 처리

7.1.4.1 슬라이드 유리 위에 굴절시약 1 ~ 3방울을 떨어뜨린 후, 시료의 일정량

을 슬라이드 유리 위 굴절시약에 담그고 바늘, 핀셋 등으로 시료를 적절히 분리하고, 깨고, 이동시켜 슬라이드 유리 위에 고르고 평평하게 배치시킨다.

7.1.4.2 굴절시약에 완전하게 담긴 시료가 있는 슬라이드 유리 위에 커버 유리로 덮고, 커버 유리를 핀셋이나 고무 등으로 살짝 눌러주어 공극을 제거한다.

7.1.4.3 시료를 전 처리할 때는 시료가 너무 적어 함량 분석에 지장을 주거나 너무 많은 시료를 전 처리하여 정성분석 할 때 방해물을 주지 않도록 한다.

7.2 정성평가

7.2.1 석면의 정성분석은 실험물질의 형태, 굴절률, 다색성(pleochroism), 색깔, 복굴절(birefringence), 소광특성(extinction), 신장률 부호(sign of elongation), 분산색(interference color) 등 섬유나 광물의 광학 특성을 분석하여 석면의 정성분석이 이루어진다. 표 2와 같이 시료의 굴절률, 형태 등의 점검표를 작성하여 시료별 석면 종류를 판단한다.

7.2.2 시료를 1.550 굴절시약으로 처리하고 편광기를 조작하여 개방니콜 또는 직교니콜상태로 반복하면서 시료를 확인하고, 재물대를 회전하며 섬유형태를 면밀히 관찰한다. 만일 석면의 특성과 유사한 섬유가 발견되지 않는다면 석면이 없는 것으로 판단한다.

7.2.3 섬유를 발견하면, 편광기를 조작하여 직교니콜상태로 하여 섬유의 특성이 등방성(isotropic)인지 이방성(anisotropic)인지를 확인한다. 만일 모든 섬유가 등방성이고 추가한 전처리 시료도 등방성이면 석면이 없는 것으로 판정한다.

7.2.4 섬유가 이방성이면 재물대를 회전시켜 소광각(angle of extinction)을 측정하여 기록하고 표 3을 참조해 판정한다.

7.2.5 현미경에 붉은 보정기판을 삽입한 다음 신장률 부호를 측정한다. 청석면을 제외한 모든 종류의 석면섬유는 양(+)의 부호를 갖으며 음(-)의 부호를 가진 경우는 7.2.8의 단계로 가서 분석한다.

7.2.6 보정기판을 제거하고, 편광필터의 교차를 풀어 평면 편광 하에서 섬유-오일

의 경계선에서 청색과 금갈색의 색을 관찰한다. 백석면의 특징인 꼬임과 굴곡을 가진 다발 모양 등 섬유 형태를 관찰한다. 단, 꼬임이 있되 리본 모양의 형태를 가진 섬유는 셀룰로오스 섬유일 수 있다. 이때는 섬유의 굴절률이 정확히 1.550 인지를 보기 위해 편광을 부분적으로 교차시켜 볼 필요가 있으며 만약 섬유가 더 높은 굴절률을 보이면 7.2.10의 방법으로 분석하고 그렇지 않으면 다음 단계로 계속한다.

7.2.7 백석면을 확인하기 위해 분산색 확인을 위한 대물렌즈를 끼우고 청색과 청-자홍색을 관찰한다. 이 검사로 백석면이 확인되면 정량은 7.3.1의 분석방법에 따른다.

7.2.8 청석면의 확인

7.2.8.1 청석면을 확인하기 위해 시료를 1.680 굴절시약으로 처리하고 청석면의 형태를 관찰한다. 그 형태는 곧고, 강직한 모양으로 분산색은 가로방향($n_{\parallel}$)에서 금빛 노란색을 띠고 세로방향($n_{\perp}$)에서는 연한 노란색을 나타낸다. 이 검사로 청석면이 확인되면 정량은 7.3.1의 분석방법에 따른다.

7.2.8.2 청석면을 확인하기 위해 시료를 1.700 굴절시약으로 처리하고 청석면의 형태를 관찰한다. 그 형태는 곧고, 강직한 모양으로 청색 또는 자청색을 띤다. 다색성을 나타내어 회전각도에 따라 파란색 또는 회색빛을 띠고 분산색은 붉은 자홍색과 파란 자홍색을 나타낸다. 이 검사로 청석면이 확인되면 정량은 7.3.1의 분석방법에 따른다.

7.2.9 갈석면의 확인

갈석면을 확인하기 위해 시료를 1.680 굴절시약으로 처리하고 갈석면의 형태를 관찰한다. 갈석면은 곧은 섬유와 빗자루 같은 섬유다발이거나 끝이 벌어진 모양이며 분산색은 커밍토나이트(cummingtonite) 형태는 청색과 연한 청색을 나타내며, 그루네라이트(grunerite) 형태는 금색(또는 노란색)과 청색을 띤다. 이 검사로 갈석면이 확인되면 정량은 7.3.1의 분석방법에 따른다.

7.2.10 직섬석-투섬석-녹섬석의 확인

7.2.10.1 직섬석-투섬석-녹섬석을 확인하기 위해 1.605 굴절시약을 준비하고 직섬석-투섬석-녹섬석의 형태를 관찰한다. 이 섬유들의 굴절률은 같은 종 내에서도 다르며, 직섬석은 거의 평행소광을 보이며, 이 특성을 이용해 투섬석과 녹섬석의 구별이 가능하다. 세 섬유 모두 곧으며 결정이 파손되는 수도 있다.

7.2.10.2 중심부 차폐슬릿 분산색의 대물렌즈를 이용하여 관찰할 경우 직섬석은 청색과 황금색·금빛 자홍색을 나타낸다.

7.2.10.3 투섬석은 연한 청색과 노란색을 나타낸다.

7.2.10.4 녹섬석은 평면 편광 하에서 밝은 녹색에서 어두운 녹색을 띠며 약간의 다색성을 보인다. 녹섬석은 자홍색과 금빛 노란색을 나타낸다.

[주 3] 규회석(wollastonite)은 직섬석과 거의 비슷한 성질을 가지고 있어 분석할 때 주의해야 한다.

7.2.11 규회석과 직섬석의 비교

규회석과 직섬석과의 비교를 위해서 시료를 굴절시약 처리 전에 진한염산으로 시료가 있는 슬라이드에 떨어뜨려 전처리하고 커버슬라이드를 덮고, 전열기 위에서 따뜻하게 하여 건조시킨다. 모세관 현상을 이용하여, 커버글라스 밑에 1.620 굴절시약을 넣고 편광현미경으로 관찰하면, 규회석은 “음영교차(cross-hatched)” 형태를 띠고 분산색을 보이지 않는 반면 투섬석과 직섬석은 분산색을 나타낸다.

7.3 정량평가

7.3.1 편광현미경에 의한 육안 정량

7.3.1.1 시료를 정량하려는 석면 종류에 따라 1.550, 1.605, 1.680 등 적합한 굴절시약을 선택하여 처리하고 석면의 함량을 종류별로 평가한다. 그림 1을 이용하여 슬라이드 위에 존재하는 모든 석면 물질의 함량을 면적(area) %로 계산한다. 단, 성분이 확인되지 않은 섬유가 있으면 7.2의 정성분석 단계로 가서 물질을 확인한 후 정량분석을 계속한다.

7.3.1.2 정량은 현미경 배율을 100으로 하여 평가한다.

7.3.1.3 슬라이드 위의 3곳을 임의로 정하여 관찰하고 농도를 정한 후 3개의 평균 값을 함량으로 정한다.

7.3.1.4 육안 검사와 현미경 검사로부터 시료 중 석면섬유의 종류와 함량을 측정하고 석면함량이 1 % 이상 검출되면 이 시료는 석면 함유물질로 판정한다.

7.3.2 무게차 측정에 의한 정량

7.3.2.1 회화 처리

7.3.2.1.1 정확히 취한 시료의 무게(W1)와 도가니의 무게(W2)를 측정한다.

7.3.2.1.2 시료를 정확히 일정량 취하여 도가니에 넣는다.

7.3.2.1.3 시료가 담긴 도가니에 덮개를 덮고 전기로에서 300 ℃에서 2시간 가열한 후 온도를 올려 450 ℃에서 1시간 이상 회화시킨다.

7.3.2.1.4 회화가 끝난 후 전기로에서 도가니를 꺼내고 데시케이터에서 실온으로 냉각시킨다.

[주 4] 가열온도가 500 ℃ 이상 되지 않고 총 가열시간이 6시간 이상 넘지 않도록 한다.

[주 5] 회화는 HEPA 필터 설치된 후드 안의 전기로에서 수행한다.

7.3.2.1.5 데시케이터에서 실온으로 냉각한 도가니 무게(W3)를 측정한다.

7.3.2.1.6 잔여물 무게(W3 - W2)를 취한 시료의 무게(W1)로 나누고 100을 곱하여 잔여물 무게(R) %를 계산한다.

$$\frac{(W3 - W2)}{W1} \times 100 = R(\%) \quad (\text{식 1})$$

여기서, W1 = 취한 시료의 양(g)

W2 = 도가니 무게(g)

$$W3 = \text{가열 후 시료가 담긴 도가니 무게(g)}$$

[주 6] 석면을 분석할 때 광학적인 간섭으로 유기 섬유를 제거하는 것이 목적이라면 다른 섬유가 남아있다는 것을 확인하기 위해 편광현미경으로 잔여물을 관찰한다.

7.3.2.2 염산 처리

7.3.2.2.1 0.5 g 이하 정도의 시료를 취해 정확히 무게(S1)를 재어 100 ~ 250 mL 비커에 담고 염산(1 + 3) 20 mL 또는 진한염산 5 mL를 첨가하여 시계접시로 덮고 5분간 교반하고 정치한다.

7.3.2.2.2 반응이 완결되지 않은 것으로 판단할 경우 5 ~ 10분간 더 교반하여 반응시킨다.

7.3.2.2.3 47 mm 필터의 무게를 측정한다.

[주 7] 47 mm 필터를 사용하고 필터 직경이 다르다면 시료 양을 조절해서 사용한다. 산 분해 후에 시료가 너무 많으면 필터가 막히게 되고 완벽한 여과를 방해한다. 너무 적은 시료는 무게 오차로 인해 전체 정확도와 정밀도에 큰 영향을 줄 수 있다.

7.3.2.2.4 세척과정

반응 후 잔류물을 한번에 증류수 10 mL로 3번 이상 세척한다. 이 때 부유물이 많거나 분석할 시료의 손실이 많을 것이라고 판단하면 다음의 감압여과 또는 원심분리 과정으로 세척한다.

7.3.2.2.4.1 감압여과

미리 무게를 잰 여과지를 여과장치에 설치하고 산 처리한 용액을 붓고 감압한다. 한번에 증류수 10 mL로 3번 이상 세척한다.

[주 8] 무게를 미리 측정한 필터를 사용하여 감압 여과장치에 설치하고 용액을 부어 여과한다. 여과장치의 시료용기 안쪽 벽에 묻어 있는 모든 시료를 씻어 내려 여과한다. 여과지를 제거 후 여과장치에 입자가 붙어 있는지 확인한다.

7.3.2.2.4.2 원심분리

3,000 ~ 4,000 rpm에서 10 ~ 20분간 원심분리한 후 상층액을 제거하고 한번에 증류수 10 mL로 3번 이상 세척한다.

7.3.2.2.5 여과한 여과지를 건조하여 무게(F3)를 측정하고 초기 여과지 무게(F2)를 빼 여과지에 남은 잔여물 무게(F3 - F2)를 계산한다.

7.3.2.2.6 잔여물 무게(F3 - F2)를 초기 시료무게(F1)로 나누고 100을 곱하여 잔여물 무게(R) %를 계산한다.

$$\frac{(F3 - F2)}{F1} \times 100 = R(\%) \quad (\text{식 2})$$

여기서, F1 = 취한 시료의 양(g)

F2 = 여과지 무게(g)

F3 = 전처리 후 여과지 무게(g)

7.3.2.2.7 잔여물 분석

석면의 정성이나 정량을 위해 잔여물을 편광현미경으로 분석한다.

[주 9] 여과지에 있는 잔여물을 별도로 떨어내지 않고 그 상태를 입체현미경으로 관찰하여 이물질이 붙어 있는 것 없이 산 처리가 잘되어 있는지 확인한다.

[주 10] 산 용해를 통해 이물질 성분이 완전하게 제거가 안 되었을 때는 시료를 다시 취해 파쇄나 분쇄 등에 의해 시료의 입자크기를 더 줄이고 열판으로 따뜻하게 가열하거나 산 처리 시간을 늘린다.

7.3.2.3 유기용매 처리

7.3.2.3.1 시료를 정확히 1.0 ~ 3.0 g 취해(B1) 50 ~ 100 mL 유리용기에 담는다.

7.3.2.3.2 테트라하이드로퓨란(THF)이나 산화 프로필렌(propylene oxide) 등의 용매를 선택하여 15 ~ 25 mL 첨가하고 마개를 닫는다.

7.3.2.3.3 시료가 담긴 유리용기를 초음파 욕조에 넣고 30분 정도 가동한다. 이 때, 에어로졸 스프레이가 새어 나가지 않도록 용기 마개를 확인한다.

7.3.2.3.4 시료가 담긴 용기를 원심분리기에 옮겨 2,000 ~ 2,500 rpm에서 30분간 가동한다.

[주 11] 이 과정에서 원심분리 용기로 시료를 옮기는 경우, 빈 용기 무게(B2)를 재고 원래 용기에 남아있는 시료를 10 ~ 15 mL의 용매로 세척하여 빈 용기로 옮긴다.

7.3.2.3.5 시료의 상층액을 따르고 용매를 휘발 시킨 후 용기무게(B3)를 다시 잰다.

[주 12] 원심분리 후 피펫으로 상층 용매를 제거, 침전물이 따라 나오는 위험성을 최소화 하기위해 원심분리 용기 내 용매를 조금 남겨둔다.

7.3.2.2.6 잔여물 무게(B3 - B2)를 초기 시료무게(B1)로 나누고 100을 곱하여 잔여물 무게(R) %를 계산한다.

$$\frac{(B3 - B2)}{B1} \times 100 = R(\%) \quad (\text{식 3})$$

여기서, B1 = 취한 시료의 양(g)

B2 = 용기 무게(g)

B3 = 전처리 후 용기 무게(g)

7.3.2.4 함량 계산

시료에서 석면 함량을 무게(wt) %로 계산하는 방법은 다음과 같다.

$$\text{시료 내 석면 wt \%} = \text{잔여물 내 석면 wt \%} \times \text{잔여물 wt \%} \div 100 \quad (\text{식 4})$$

예를 들어, 바닥타일 시료를 회화 후 염산 처리 한 경우

$$\text{바닥타일 내 석면 wt \%} = (B \times C \div 100) \times A \div 100 = 10 \times 70 \div 100 = 7 \%$$

$$\text{염산분해 후 석면 wt\%} = (B \times C \div 100) = 20 \times 50 \div 100 = 10 \%$$

여기서, A = 회화로부터 잔여물 wt % = 70 %

B = 염산으로부터 잔여물 wt % = 20 %

$$C = \text{염산으로부터 잔여물 내 석면 wt \%} = 50 \%$$

8.0 결과보고

8.1 정성 분석결과

편광현미경으로 시료를 관찰하여 표 3의 양식으로 기록하여 석면의 종류를 확인한다.

8.2 정량 분석결과

8.2.1 육안 평가인 경우, 편광현미경으로 시료를 관찰하고 석면 종류별로 표 4의 양식과 같이 석면농도(%)를 기록한다. 농도(%)값의 표기는 1 % 이상은 정수로, 1 % 미만은 불검출로 표시한다.

예) 불검출(< 1 %), 1 %, 2 %, 3 %, 10 %, 15 %, 20 %

8.2.2 무게 차 평가인 경우, 편광현미경으로 시료를 관찰하고 표 5의 양식과 같이 측정값을 기록하여 석면농도(%)를 무게단위로 나타낸다. 석면농도(무게 %)는 소수점 첫째자리까지 나타내고 1.0 % 미만은 불검출로 표현한다.

예) 불검출(< 1.0 %), 1.0 %, 2.0 %, 10.0 %, 15.0 %, 20.0 %

9.0 참고자료

9.1 USEPA, Polarized Light Microscopy, Subpart E, App. E, 40CFR763

9.2 USEPA, Interim Method for the Determination of Asbestos in Bulk Insulation Samples, EPA/600/M4-82-020, 1982

9.3 USEPA, Test Method for the Determination of Asbestos Asbestos in Bulk Building Materials. EPA/6100/R-93/116, 1993

- 9.4 McCrone, Walter C., "Routine Detection and Identification of Asbestos", *The Microscope*, 33, 273-284, 1985
- 9.5 McCrone, Walter C., Asbestos Identification, McCrone Research Institute, 1987.
- 9.6 작업환경측정 · 분석방법 지침, 한국산업안전공단
- 9.7 USA, Advanced Asbestos Identification, McCrone Research Institute.
- 9.8 USA, Asbestos(bulk) by PLM, NIOSH 9002, 1994.
- 9.9 UK, Asbestos : The analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedures, HSE, 2005.
- 9.10 Germany, VDI 386 series Part 1, VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, 2000.

10.0 부록

표 1. 대상 시료의 크기별 최소 시료채취 수

구분	대상	크기	최소 시료채취 수
건축 또는 시설물	천장, 벽, 바닥재의 경우	25 m ² 미만	1
		25 ~ 100 m ²	3
		100 ~ 500 m ²	5
		500 m ² 이상	7
	단열재의 경우	2.0 m 혹은 1.0 m ² 미만	1
		2.0 m 혹은 1.0 m ² 이상	3
	기타 재료의 경우	1.0 m ² 미만	1
		1.0 m ² 이상	3

표 2. 석면 판정을 위한 점검표

(a)

시료	굴절률 (refractive index)	형태 (morphology)	색상 (color)	다색성 (pleochroism)	복 굴절률 (birefringence)
	1.550				
	1.605				
	1.680				
	1.700				
	1.620				

(b)

시료	굴절률 (refractive index)	소광각 (extinction)	신장률 부호 (sign of elongation)	분산염색 색깔 (interference color)	석면종류 (type of asbestos)
	1.550				
	1.605				
	1.680				
	1.700				
	1.620				

표 3. 석면의 모양과 굴절특성

석면의 종류	형태와 색상	굴절률(근사값)		복 굴절률
		신장률 (상한)	신장률 (하한)	
백석면 (Chrysotile)	- 꼬인 물결 모양의 섬유 - 다발의 끝은 분산 - 가열되면 무색 ~ 밝은 갈색 - 다색성 - 종횡비는 전형적으로 10 : 1 이상	1.54	1.55	0.002 ~ 0.014
갈석면 (Amosite)	- 곧은 섬유와 섬유 다발 - 다발 끝은 빗자루 같거나 분산된 모양 - 가열하면 무색~갈색 - 약한 다색성 - 종횡비는 전형적으로 10 : 1 이상	1.67	1.70	0.02 ~ 0.03
청석면 (Crocidolite)	- 곧은 섬유와 섬유 다발 - 긴 섬유는 만곡 - 다발 끝은 분산된 모양 - 특징적인 청색과 다색성 - 종횡비는 전형적으로 10 : 1 이상	1.71	1.70	0.014 ~ 0.016
직섬석 (Anthophyllite)	- 곧은 섬유와 섬유 다발 - 절단된 파편 존재 - 무색 ~ 밝은 갈색 - 비다색성 내지 약한 다색성 - 종횡비는 일반적으로 10 : 1 이하	1.61	1.63	0.019 ~ 0.024
투섬석 (Tremolite)	- 곧고 흰 섬유 - 절단된 파편이 일반적이며 큰 섬유 다발 끝은 분산된 모양 - 투섬석은 무색	1.60 ~ 1.62	1.62 ~ 1.64	0.02 ~ 0.03
녹섬석 (Actinolite)	- 녹섬석은 녹색 ~ 약한 다색성 - 종횡비는 일반적으로 10 : 1 이하	1.62 ~ 1.67	1.64 ~ 1.68	

표 3. 석면의 모양과 굴절특성(계속)

석면의 종류	소광특성	신장률 부호	중심부 차폐 슬릿의 분산염색		
			RI 용액	색상	
				$n_{\perp}$	$n_{\parallel}$
백석면	섬유길이에 평행	+	1.550 ^{HD}	청색	파란 자홍색 (blue magenta)
갈석면	섬유길이에 평행	+	1.680	파란 자홍색에 서 연한청색 (blue magenta to pale blue)	황금색
청석면	섬유길이에 평행	-	1.700	붉은 자홍색 (red magenta)	파란 자홍색 (blue magenta)
			1.680	황금색 (golden yellow)	연한 노란색
직섬석	섬유길이에 평행	+	1.605 ^{HD}	청색	황금색에서 황 금자홍색 (gold to gold magenta)
			1.620 ^{HD}	청녹색	황금색
투섬석-녹섬석	파편은 사소광 (oblique) (10 ~ 20°) 일부 섬유는 소광을 보임	+	1.605 ^{HD}	연한청색	노란색
			1.605 ^{HD}	노란색	연한 노란색
HD = 높은 분산, RI 액체의 시리즈					

표 4. 편광현미경법에 의한 미지시료의 결과

시료번호	정성결과	정량결과(area%)
시료 1	백석면	20
	청석면	5
	갈석면	3
	직섬석	2
	투섬석	1
	녹섬석	불검출(< 1%)

표 5. 무게 차 측정법 기입 항목

항 목	측정값	비 고
W1		초기 시료무게
W2		초기 용기무게
W3		회화 후 용기무게
F1		산 처리 초기 시료무게
F2		초기 여과지 무게
F3		산 처리 후 여과지 무게
F4		산 처리 후 석면 무게
$A1(=\frac{W3-W2}{W1} \times 100)$		회화 잔여물(wt%)
$A2(=\frac{F3-F2}{F1} \times 100)$		산 처리 잔여물(wt%)
$A3(=\frac{F4}{(F3-F2)} \times 100)$		산 처리 잔여물내 석면(wt%)
$C(=A2 \times A3 \div 100) \times A1 \div 100$		시료중 석면 함량(wt%)

※ wt % = 무게 %

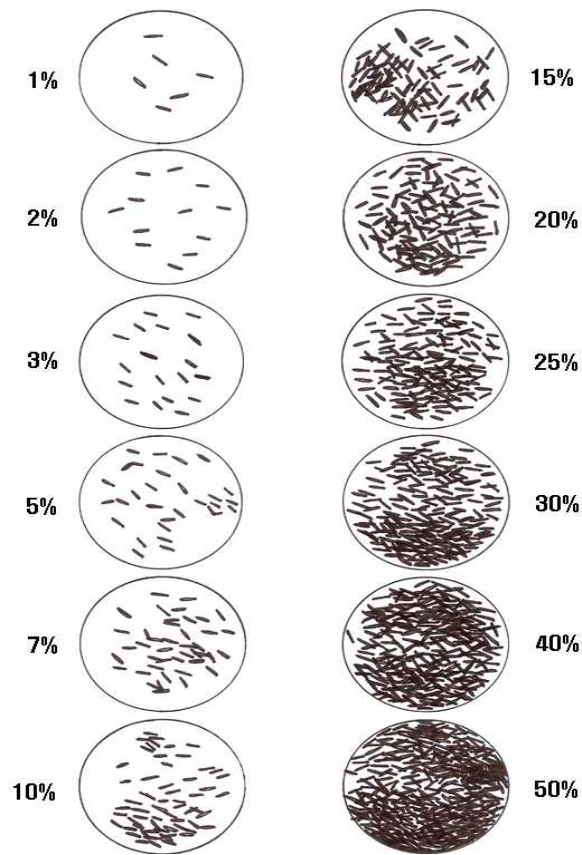


그림 1. 검경에 의한 함유율(퍼센트) 평가