유해화학물질공정시험기준 ES 08395

탈크(Talc) 중 석면분석방법 -X-선 회절기법

2012

(Asbestos in Talc-X-ray Diffraction Method)

1.0 개요

1.1 목적

X-선 회절기를 이용하여 탈크 파우더 중 석면의 특정한 회절 피크의 특성을 관찰하여 정성 및 정량분석을 하기 위한 것이다.

1.2 적용범위

탈크 파우더 중 모든 석면 종류의 함유 유무를 판단할 수 있다. X-선 회절기로 판단할 수 있는 석면의 정량범위는 1~100.0 wt% 이다.

1.3 간섭물질

탈크에 공존하기 쉬운 광물로서 녹니석(Chlorite), 방해석(Calcite), 백운석(Dolomite), 마그네사이트, 석영(Quartz)등이 있다. 탈크의 석면 함유 판정의 경우 우선 탈크의 정성 분석을 실시하여, 석면 이외의 공존 물질의 회절선이 겹치지 않은가 충분히 조사해야 한다

2.0 용어 정의

2.1 연속 주사(Continuous scan)

입력된 주사속도에 맞춰 카운터가 움직이면서 회절강도를 계수하는 방법이다.

2.2 단속 주사(Step scan)

정해진 각도 위치마다 카운터가 고정되어 몇 초 내지는 몇 십초 동안 회절강도를 측정하는 방법이다.

표 1. X-선 회절기 측정시 간섭물질

석면형 물질	1차진단피크 (대략적인 면간거리, Å)	간섭물질
사문석 (SERPENTINE) 백석면(chrysotile)	7.4	비석면형 사문석(antigorite, lizardite), 녹니석(chlorite), 질석(vermiculite), 해포석(sepiolite), 고령석(kaolinite), 석고(gypsum)
	3.7	비석면형 사문석(antigorite, lizardite), 녹니석(chlorite), 질석(vermiculite), 해포석(sepiolite), 할로이사이트(halloysite), 셀룰로오스(cellulose)
각섬석 (AMPHIBOLE) 갈석면 (amosite;grunerite) 직섬석(anthophyllite) 청석면(Crocidolite) 투섬석(tremolite) 녹섬석(actinolite)	3.1	비석면형 각섬석 (grunerite-cummingtonite, anthophyllite, riebeckite, tremolite), 상호간섭물질, 활석(talc), 탄산염(carbonates)
	8.3	비석면형 각섬석 (grunerite-cummingtonite, anthophyllite, riebeckite, tremolite), 상호간섭물질

※ 간섭피크
1) 녹니석 : 7.19Å, 3.58Å 2) 질석 : 7.14Å, 3.56Å
3) 해포석 : 7.47Å 4) 할로이사이트 : 3.63Å 5) 고령석 : 7.15Å
6) 석고 : 7.5Å 7) 셀룰로오스 : 피크 퍼짐(겹침 3.65Å)
8) 탄산염 : 3.035Å 9) 활석 : 3.12Å 10) 상호간섭물질 : 8.3Å~3.1Å

3.0 분석기기 및 기구

3.1 X-선 회절기

3.1.1 전류전압 안정기

3.1.2 주사모드(scan mode) : 속도, 범위 조절 가능

3.1.3 X-선 튜브 : 구리 타겟(copper target), 1 kW ~ 3 kW

3.1.4 고니오미터(goniometer) : 광학계, 필터, 단색화 장치로 구성

3.1.5 X-선 검출기 : Xe, Kr, Ar 등을 이용한 계수관(counter) 또는 이와 동등한 것

3.1.6 자료 출력 장치 : 그림과 문자 출력 지원 가능

3.1.7 시료 회전장치 : 시료 1개 이상 장착 가능

3.1.8 기기교정 표준시편(Instrument Calibration Reference Specimen)

3.2 기구

3.2.1 플라스틱 용기 : 폴리프로필렌 또는 폴리에텔렌 재질의 백 또는 병

3.2.2 분쇄기 : 냉동분쇄가 가능한 것

3.2.3 체(sieve) : 75㎛

3.2.9 가열기 : 실온 ~ 150 ℃

4.0 시약

4.1 석면 표준시료 : 백석면(Chrysotile), 청석면(Crocidolite), 갈석면(Amosite) 등의 순도 있는 시판용 표준시료를 사용할 수 있다.

4.2 석면 함유 탈크 표준시료 : 석면함유 탈크 표준시료는 대상석면 50.0mg를 탈크 4.950g에 잘 혼합 시킨 분말 시료(1%)를 석면함유 탈크 표준 시료로 할 수 있으며, 필요 시 석면량을 조절하여 표준시료 농도를 조정할 수 있다.
표준시료는 3회 반복 측정하고, 재현성이 있는 회절선의 강도가 분명하게 인정되는 것을 확인한 후 정성 및 정량 평균 강도로 기록한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 안전사항

5.1.1 시료의 채취는 미세한 석면 섬유를 차단할 수 있는 헤파(HEPA)필터류가 장착된 마스크와 보호복 등 모든 보호장비를 구비한 후 채취한다.

5.2 시료의 채취

5.2.1 일반적 요령

5.2.1.1 파우더 시료의 채취는 수입·생산 단위 또는 로트(Lot) 단위를 구분할 수 있는 경우와 구분할 수 없는 경우로 구분하여 시료 채취한다.

5.2.1.2 전체의 성질을 대표할 수 있도록 서로 다른 곳에서 채취한다.

5.2.1.3 여러 개의 시료를 채취할 때는 서로 오염의 영향을 주지 않도록 채취도구나 보호장비 등의 사용에 주의를 기울인다.

5.2.2 채취도구

5.2.2.1 채취도구는 시료의 채취과정 또는 보관 중에 침식되거나 녹이 나는 재질의 것을 사용해서는 안 된다.
[주 1] “색대”와 같은 도구를 이용하여 시료 채취할 수 있다.
5.2.2.2 채취도구는 석면 의심 함유 재질의 일부를 절단할 수 있는 도구와 집게 및 시료가 날리지 않게 밀봉할 수 있는 용기를 준비한다.

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

5.2.3 시료용기

5.2.3.1 시료용기는 시료를 변질시키거나 흡착하지 않는 것이어야 하며 기밀하고 누수나 흡습성이 없어야 한다.

5.2.3.2 시료용기는 무색의 폴리에틸렌병, 폴리에틸렌백, 유리병을 사용하고 시료 중에 다른 물질의 혼입이나 성분의 손실을 방지하기 위하여 밀봉할 수 있는 마개를 사용한다.

5.2.3.3 시료용기의 표시는 시료의 성분명칭, 대상 시료의 양, 채취장소, 채취일자, 시료번호, 채취책임자 이름, 기타 참고자료 등을 기재한다.

5.2.4 시료의 수

5.2.4.1 시료 채취는 각 단위 또는 로트(lot)로 구분이 되는 경우 각 단위 또는 로트별로는 아래의 표와 같이 무게 단위를 기준으로 시료 채취한다.

단위 및 로트 구분 가능 시 검사표본의 추출기준

시료 수	무 게			
	1ton 미만	1-100 ton 미만	100-1,000 ton 미만	1,000ton 이상
	3개 이상	6개 이상	9개 이상	12개 이상

5.2.4.2 각 단위 또는 로트(Lot) 단위를 구분할 수 없는 경우는 조사대상에서 검사표본을 포장 수에 따라 최대 30개를 선정하여 시료를 채취하며, 포장 수에 따른 표본 추출은 아래의 표와 같다.
[주 2] 채취한 시료는 혼합하지 않고 각각 별도의 시료로 사용해야 한다.

단위 및 로트 구분 불가능 시 검사표본의 추출기준

포장의 수	표본추출 포장수
1~6	전체
7~14	6
15~24	7
25~34	8
35~44	9
45~54	10
55~64	11
65~74	12
75~84	13
85~94	14
95~104	15
105~114	16
115~124	17
125~134	18

135~144	19
145~154	20
155~164	21
165~174	22
175~184	23
185~194	24
195~204	25
205~214	26
215~224	27
225~234	28
235~244	29
245 이상	30 이상

5.2.5 시료의 보관

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

5.2.5.2 채취 시료는 공기 중으로 비산되지 않도록 밀폐용기 또는 헤파(HEPA) 필터가 장착된 후드 안에서 보관한다.

5.2.5.3 시료는 가급적 지정된 장소에 보관한다.

5.2.6 시료의 폐기

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

5.2.6.2 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 시험 기기, 기구 및 시약의 관리

6.2.1 시험 기기의 관리

X-선 회절기의 유지 관리를 위한 지정 담당자를 선정하여 운영하여야 한다. 최소 1년 단위로 부속품에 대한 점검을 실시하고 필요시 전문 서비스를 받는다.

6.2.2 시험 기구의 관리

석면분석에 사용하는 모든 분석기구, 분석 장비에 대한 오염여부를 항상 점검한다. 특히, 분쇄기구나 여과장치는 사용 전후에 대한 관리절차를 마련하여 이행한다.

6.2.3 시험 시약의 관리

시험에 사용되는 전처리 시약이나 여과지 등은 오염되지 않도록 관리하고 사용하는 소모품에 대해서는 최소 6개월 단위로 점검하여 구비해 둔다.

6.3 내부 정도관리

6.3.1 정성분석

석면분석자는 X-선 회절기를 사용하여 백석면, 갈석면, 청석면의 종류를 정확히 구분할 수 있도록 표준시료를 최소 1년 주기로 점검하여 분석장비의 상태를 확인한다.

6.3.2 정량분석

석면분석자는 X-선 회절기를 사용하여 석면에 대한 감도를 최소 1년 주기로 점검하여 분석 장비의 상태를 확인한다.

6.4 외부 정도관리

인증표준시료나 이미 알고 있는 시료를 다른 석면분석기관간의 교류를 통하여 서로간의 분석능력을 확인하고 검증하며 분석역량을 유지·개발한다.

7.0 분석절차

7.1 시료의 조제

7.1.1 시료의 건조

7.1.1.1 시료를 건조가 필요한 경우 용기에 담아 건조기에 넣고 온도를 105~110 ℃를 유지하여 4시간 이상 건조한다.
[주 3] 건조 시 비산방지를 위한 조치를 취해야 함

7.1.2 시료의 균질화

미세분말인 경우 별도의 시료의 경우 별도의 전처리를 필요로 하지 않으나, 원석의 경우 파쇄장치로 분쇄할 수 있는 크기로 절단하거나 파쇄한 후 체를 이용하여 균질화 한다.

7.1.2.1 정성분석용

필요 시 파쇄기를 이용하여 분쇄할 수 있으며, 건식 파쇄의 경우 헤파 필터가 장착된 후드 내에서 수행한 후, 75㎛ 체를 이용하여 분리하며, 미세 파우더의 경우 75㎛ 이하 체를 이용하지 않을 수 있다.

7.1.2.2 정량분석용

필요 시 파쇄기를 이용하여 분쇄할 수 있으며, 이때 안전하게 헤파필터가 장착된 후드 내에서 수행한 후, 75㎛ 체를 이용하여 분리하며, 미세 파우더의 경우 75㎛ 이하 체를 이용하지 않을 수 있다.
[주 4] 파쇄는 액체질소를 이용한 파쇄기도 이용할 수 있다.

7.2 정성분석

7.2.1 X-선 회절기에 의한 정성 확인

일정량의 시료를 시료 홀더과 일치하도록 균일량을 충진한다, 시료 홀더는 금속판이나, 구멍을 뚫은 유리판, 도는 홈을 판 유리판 등이 있다. 충진한 시료홀더를 X-선 회절분석장치의 회전식 홀더에 장착하고 구리 X-선 관의 관전압 30~40 kV, 관전류 30~40 mA의 조건으로 하여 2Θ=5°~30°의 범위에서 1-2° 2Θ/분 속도로 주사하여 정성분석 한다. 측정해서 얻은 X-선 회절패턴의 회절선 피크의 위치와 강도를 표준물질

석면의 회절선 피크와 맞는지 확인한다.

[주 5] 편광현미경 정성결과를 우선한다.

7.3 정량분석

7.3.1 X-선 회절기에 의한 정성 확인

정성분석 결과, 석면 함유가 인정된 시료에 대해서는 X-선 회절에 의한 정량 분석을 실시한다. 일정량의 시료를 시료홀더와 일치하도록 균일량을 충진 한다, 시료 홀더는 금속판이나, 구멍을 뚫은 유리판, 도는 홈을 판 유리판 등이 있다. 충진한 시료 홀더를 X-선 회절분석장치의 회전식 홀더에 장착하고 구리 X-선 관의 관전압 30~40 kV, 관전류 30~40 mA의 조건으로 하여 2Θ=10~13°(각섬석, 사문석) 또는 24~26°(사문석)의 범위에서 0.1-0.2° 2Θ/분 속도로 주사한다. 측정해서 얻은 X-선 회절패턴의 회절 피크의 위치와 강도를 표준물질 석면의 회절선 피크와 맞는지 확인한 후, 석면함유 탈크 표준시료(1%)의 피크 세기(적분강도)보다 큰 경우 분석 대상의 석면함유는 1% 초과로 농도를 산출한다.

8.0 결과보고

X-선 회절 분석기를 이용하여 석면종류에 따른 2Θ 회절 피크 값을 기록하여 정성분석을 하고, 반드시 편광현미경으로 함유 석면에 대한 섬유상 여부에 대한 평가를 실시한다. X-선 회절분석기와 편광현미경으로 정성확인 후 정량분석용 시료 제작 후 3회 반복 분석하여, 피크 세기(적분강도)가 표준시료(1%) 피크세기보다 큰 경우 분석 대상의 석면함유는 1% 초과로 보고한다.

9.0 참고문헌

9.1 USEPA, Test method for the determination of asbestos in bulk building materials. EPA/6100/R-93/116, 1993.

9.2 USA, Asbestos, chrysotile by XRD, NIOSH 9000, 1994.

9.3 USEPA, Interim method of the determination of asbestos in bulk insulation samples. Section 2. X-ray powder diffraction. 40CFR 763.

Appendix E, pp. 808-816.

9.4 건축재 제품중의 석면 함유율 측정방법. JIS A1481, 2006

9.5 UK, Asbestos : The analysts' guide for sampling, analysis and clearance procedures, HSE, 2005.

9.6 Germany, VDI 386 series Part 1, VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, 2000.

9.7 천연 광물중 석면 함유율 분석 방법, 후생노동성 노동 기준국, 기안화발 제 0828001 호