

보건분야 - 교육자료

연구 원 2009-15-95

석면분석전문가양성교육 교재

편광현미경을 이용한 고형시료 중 석면 분석

한국산업안전보건공단
산업안전보건연구원

차 례

I. 석면	1
1. 정의	1
2. 건강장해	3
3. 관련 규제	4
II. 편광현미경	8
1. 편광현미경의 구성	8
2. Köhler 조명	11
3. 측미법	15
III. 기초 광학	17
1. 빛의 굴절	17
2. 편광	20
IV. 석면분석을 위한 광학성질	29
1. 형태	31
2. 색깔 - 다색성	33
3. 굴절률	33
4. 소광현상	38
5. 복굴절률	40
6. 신장부호	42
V. 고형시료 중 석면 분석	44
1. 분석법의 개요	44
2. 적용범위 및 제한점	46
3. 기구 및 시약	47
4. 표본제작	49
5. 진처리	51
6. 정성분석	54
7. 정량분석	67
8. 결과처리	71
9. 정도관리	72
참고문헌	74
 [붙임]	
분산염색법을 이용한 석면의 굴절률 측정	76

I. 석면

1. 석면의 정의

‘석면(asbestos)’이란 광물학적 넓은 의미로는 석면형태(asbestiform)의 결정습성(crystal habit)을 보이는 규산염 광물을 총칭하는 용어로서, 가늘고 긴 섬유 및 섬유다발의 형태를 띠고 쉽게 더 가는 섬유로 나누어지며, 실로 찢 수 있을 만큼의 유연성과 높은 난연성, 내화학적, 열 전기 절연성 등 유용한 물성을 보여 여러 가지 상업적인 용도(직물, 종이, 페인트, 브레이크라이닝, 타일, 시멘트 건축자재 등)로 이용에 적합한 광물을 지칭한다¹⁾. 이 중에서도 상업적으로 채취하고 이용되어 사람에게 노출될 가능성이 높은 여섯 종의 석면을 우리나라를 비롯한 대부분의 해외 선진국에서는 환경보건상의 이유로 채취 및 사용 등을 규제하고 있다²⁾. 우리가 ‘석면’이라고 말할 때에는 일반적으로 규제적인 의미로서 법으로 사용이 규제되는 표 1의 여섯 종의 광물을 지칭하는 것으로, 광물 분류상으로는 크게 사문석계(serpentines)와

[표 1] 석면의 기본적인 화학조성과 석면형태/비석면형태 광물

광물군	석면	비석면 ¹	화학 조성
사문석	백석면(chrysotile)	리자다이트(lizardite) 안티고라이트(antigorite)	$Mg_3Si_2O_5(OH)_4$
각섬석	갈석면(amosite)	커밍토나이트(cummingtonite) 그루너라이트(grunerite)	$(Mg,Fe)_7Si_8O_{22}(OH)_2$
	청석면(crocidolite)	리베카이트(riebeckite)	$Na_2Fe_3^{+2}Fe_2^{+3}Si_8O_{22}(OH)_2$
	안소필라이트석면(anthophyllite asbestos)	비석면형 안소필라이트(non-asbestiform anthophyllite)	$(Mg,Fe)_7Si_8O_{22}(OH)_2$
	트레모라이트석면 ² (tremolite asbestos)	비석면형 트레모라이트(non-asbestiform tremolite)	$Ca_2(Mg,Fe)_5Si_8O_{22}(OH)_2$
	악티노라이트석면 ³ (actinolite asbestos)	비석면형 악티노라이트(non-asbestiform actinolite)	$Ca_2(Mg,Fe)_5Si_8O_{22}(OH)_2$

¹ 석면과 동일한 화학조성을 가지지만 결정습성이 석면형태가 아닌 광물

² $Mg/(Mg+Fe^{+2}) = 0.9 \sim 1.0$

³ $Mg/(Mg+Fe^{+2}) = 0.5 \sim 0.9$

1) American Geological Institute, Glossary of geology, 2008, <http://glossary.agiweb.org>

2) US OSHA standard 29CFR1910.1001(b)

각섬석계(amphiboles) 석면으로 구분된다. 여섯 가지 석면 중 백석면은 사문석계 석면에 속하며, 나머지 다섯 가지 석면은 각섬석계 광물에 속한다.

상업적 가치가 있는 수준의 대규모 매장이 확인되고 주로 사용된 석면의 대부분은 백석면으로, 최근에는 러시아, 캐나다, 중국, 카자흐스탄 등에서 주로 생산되고 있다. 국내에서 지금까지 사용된 석면 또한 대부분 백석면으로 추정되며 갈석면, 청석면, 트레모라이트석면 등의 각섬석계 석면은 드물게 검출되는 것으로 알려져 있다. 일반적으로 석면을 섬유상 광물이라고 말하지만 광물의 결정습성 중 석면형태(asbestiform)란 여러 가지 섬유형태 중의 하나로, 섬유에 포함되는 보다 좁은 개념의 용어이다. 따라서 섬유상 광물이라고 해서 모두 석면인 것은 아님에 주의해야 한다. 자연계에서 섬유상 광물은 매우 흔하지만 그 중 석면형태의 광물, 즉 석면은 드물게 발견된다. 각섬석의 경우 지각을 구성하는 광물 중 약 5%를 차지하는 매우 흔한 광물 중 하나이지만, 석면형태를 보이는 각섬석계 석면의 대규모 매장은 매우 드물게 발견된다. 특히 악티노라이트와 트레모라이트 및 안소필라이트는 석면형태보다는 주로 주상(prismatic)형의 결정습성을 보이는 것으로 알려져 있다¹⁾. 따라서 모든 악티노라이트, 트레모라이트 또는 안소필라이트가 석면은 아니며, 석면을 지칭할 때에는 반드시 ‘석면’이라는 말을 붙여 악티노라이트석면, 트레모라이트석면 또는 안소필라이트석면이라는 용어를 사용하는 것이 보다 정확한 표현이다.

1) Cornelis Klein, The Manual of Mineral Science, 22nd, 2002

2. 건강장해

석면은 피부나 점막과 접촉하여 접촉성 피부염을 일으키기도 하나 석면에 의한 주요 건강장해는 호흡기를 통해 폐에 침입함으로써 유발되는 석면폐증, 중피종, 폐암과 관련이 있다. 이들 석면질환은 잠복기가 길어서 일반적으로 노출 후 약 20~30년 이상이 경과한 후에 발병하는 특징을 보인다.

· 석면폐(Asbestosis)

장기간의 석면 흡입으로 인해 발병되며, 일단 발병되면 석면노출이 중단되더라도 치유가 불가능하다. 주요 증상으로는 반흔조직이 딱딱해지고 폐에 기형이 초래되어 호흡이 점점 어려워진다. 폐에 대한 혈액공급이 어려워져 폐기능이 저하되고 심장기능에 무리가 가해지며, 석면섬유에 의해 폐포가 비대해져 산소를 받아들이고 이산화탄소를 배출하는 기능이 저하된다. 석면폐는 석면에 대한 노출량이 많을수록 발병률이 높아지고 잠복기는 짧아지는 경향을 보인다. 비록 예외가 있기는 하지만 일반적으로 석면폐는 고농도의 직업적 석면노출과 관련성이 높다.

· 악성중피종(Malignant mesothelioma)

과거에는 희귀한 종양으로 알려져 있었으나 근래에 들어 점차 발병빈도가 높아지고 있다. 일반적으로 폐의 바깥 표면(흉막)에 발생하는 암으로, 복막 또는 드물지만 기타 부위에서 발병되기도 한다. 중피종은 석면과 강한 인과관계가 있는 것으로 알려져 있다. 석면폐가 발병하지 않더라도 단독으로 발병되기도 하며 상대적으로 낮은 수준의 석면노출과 관련성이 있다. 중피종은 석면의 환경적 노출로 인한 피해자의 대다수를 차지하며 알려진 적절한 치료법이 없는 질병이다.

· 폐암/기관지 암증(Asbestos-related lung cancer/bronchial carcinoma)

석면노출에 의한 가장 주요한 악성 종양으로 직업적 또는 환경적 노출 모두에 의해 발병할 수 있으며, 특히 석면노출과 흡연은 높은 상승작용을 일으키는 것으로 알려져 있다. 석면노출 작업자의 폐암 발병 위험도는 담배를 피우지 않는 석면 작업자가 직업적 석면노출이 없고 담배를 피우지 않는 자에 비해 약 5배, 담배를 피우고 석면노출이 없는 자가 약 10배, 담배를 피우는 석면 작업자가 약 55배 수준에 달하는 것으로 알려져 있다.

3. 관련 규제

석면은 난연성, 내마모성 등 특유의 우수한 물리화학적 특성을 이용하기 위해 단열재, 전기절연재, 난연재, 마찰재의 원료 등 매우 다양한 용도로 사용되어 왔다. 특히 20세기 초에 연속으로 석면시멘트판을 제작하는 기계인 핫чек머신이 개발되어 사용되면서 석면은 각종 건축자재 원료로 주로 사용되기 시작하여, 제2차 세계대전을 거치면서 그 사용량과 응용범위를 넓혀왔다. 그러나 1960년대 이후부터 공기 중 석면에 노출된 사람에게서 석면폐, 중피종, 폐암 등 건강장해 발생 문제가 알려지기 시작하면서 1980년대 초부터 세계적인 석면의 사용량은 급감하였다. 따라서 현재 석면을 사용한 건축자재 등의 제품 생산은 대부분의 선진국에서는 이미 금지되었거나 금지하는 과정 중에 있다. 그러나 최근에도 일부 아시아 개발도상국 등에서는 사용량이 증가 추세에 있어 국제적인 환경보건상의 문제가 되고 있다.

우리나라에서 석면은 화학물질 및 물리적인자의 노출기준(노동부 고시 2008-26 호)에 따라 ‘발암성 물질로 확인된 물질(A1)’로 분류되며, 그 치명적인 유해성으로 인해 근로자를 석면노출로부터 보호하기 위한 석면규제는 표 2과 같이 지속적으로 강화되어 왔다. 2009년 5월 현재 노동부 산업안전보건법에서는 백석면 및 백석면을 1 중량% 초과 함유하는 물질을 허가대상물질로, 갈석면, 청석면, 안소필라이트석면, 트레모라이트석면, 악티노라이트석면 및 이들 석면을 1 중량% 초과함유하는 물질을 제조등 금지물질로 규제하고 있다¹⁾. 2009년 1월부터 일부 예외를 제외하고 0.1 중량% 를 초과 석면을 함유하는 제품의 제조, 수입, 양도, 제공 또는 사용이 금지되었다. 지속적으로 관련 규제가 강화됨에 따라 우리나라의 석면사용은 다른 비석면 광물이나 유리섬유, 합성섬유 등 석면 대체물질로 대체되고 있으며, 일반 제조업에서 석면에 노출되는 근로자 수는 크게 줄어든 것으로 예측된다. 그러나 이미 지난 수십년간 생산되고 사용되어온 우리 생활환경 주변의 다양한 형태의 석면함유 제품으로 인해 건축물이나 시설 등의 유지, 보수, 해체, 철거 등 작업 시 석면이 함유된 자재로부터 방출되는 공기 중 석면은 앞으로 발생할 석면노출의 주요 요인이 될 가능성이 매우 크다. 이에 따라 우리나라에서는 2009년 2월 6일 건축물 등의 석면해체·철거 시 근로자를 석면노출로부터 보호하기 위해 산업안전보건법 일부개정법률이 공포되어 2009년 8월 7일부터 시행되고 있다.

1) 산업안전보건법 시행령 제30조 허가대상물질에서 백석면에 대한 직접적인 지칭은 없으나 해외의 석면에 대한 규제적 정의에 비추어 볼 때 제14호의 ‘법 제29조에 따른 석면을 제외한 석면’은 백석면을 지칭하는 것으로 볼 수 있다. 석면의 정의를 광물학적 넓은 의미를 적용하여 확대해석하면 허가대상물질은 백석면 뿐만 아니라 석면형태를 가지는 다른 광물까지 포함하는 것으로 해석될 수도 있으나, 이하 교재에서 석면은 상기 여섯 가지 석면만을 지칭하는 것으로 한다.

[표 2] 우리나라 산업안전보건법상 석면 관련 규제 변천사

- 1990년 7월 : 산업안전보건법 산업보건기준에 관한 규칙 제정 시 석면을 특정화학물질 1류로 분류(90. 7. 23. 노동부령 제62호)
 - 특화물1류인 석면은 제조 및 사용 허가 대상물질
- 1997년 5월 : 청석면과 갈석면의 제조·수입·양도·제공 또는 사용을 금지(97. 5. 16. 대통령령 제15372호)
- 1999년 6월 : 제조등의 금지 유해물질에 청석면, 갈석면 중량 1% 초과 함유하는 물질 추가(99. 6. 8. 대통령령 제16388호)
- 2003년 6월 : 안소필라이트석면, 트레모라이트석면, 악티노라이트석면을 추가 금지(03. 6. 30. 대통령령 제18043호)
- 2003년 7월 : 산업보건기준에 관한 규칙이 전면개정되면서 ‘제12장 허가대상유해물질에 의한 건강장해의 예방’ 내에 ‘제6절 석면 제조·사용작업 및 해체·제거작업의 조치기준’을 신설하여 건축물 해체·제거작업을 엄격히 관리하도록 함(03. 7. 12 노동부령 제195호)
- 2003년 7월부터 화학물질 및 물리적인자의 노출기준이 개정·시행되면서 백석면 등 모든 석면의 노출기준을 0.1 개/cm³로 강화(02. 2. 4. 노동부 고시 제2002-2호)
 - 2003년 7월 이전 : 백석면 2 개/cm³, 갈석면 0.5 개/cm³, 청석면 0.2 개/cm³, 석면(기타형태) 2 개/cm³
- 2007년 1월부터 중량 1% 초과하여 석면을 함유하는 지붕·천장·벽 또는 바닥재용 석면시멘트제품 및 자동차관리법상 자동차용 석면마찰제품의 제조·수입·양도·제공 또는 사용 금지. 다만, 압출성형시멘트판은 2008. 1월부터 금지(06. 9. 13 노동부 고시 제2006-25호)
- 2007년 2월 : 산업보건기준에 관한 규칙 ‘제6절 석면 제조·사용작업 및 해체·제거작업의 조치기준’의 작업기준에 사전조사의무, 경고표지 설치, 흡연 등의 금지 등을 추가하여 건축물 해체·제거작업 시 조치기준 강화(07. 2. 5 노동부령 제266호)
- 2009년 1월부터 중량 0.1% 초과하여 석면을 함유하는 모든 석면함유제품의 제조·수입·양도·제공 또는 사용 금지. 다만, 잠수함 및 미사일용 석면개스킷제품, 미사일용 석면단열제품, 화학공업설비용으로서 100℃ 이상 온도의 부식성유체를 취급하는 부분에 사용되는 입경 1400mm 이상의 석면조인트시트개스킷, 화학공업 설비용으로 사용되는 입경 2300mm 이상의 석면조인트시트개스킷은 대체품 개발 시 까지 제조·수입·양도·제공 또는 사용 가능(07. 7. 2. 노동부 고시 제2007-26호)
- 2009년 8월 7일 : 일정면적 이상의 건축물 등 해체·제거 시 사전에 지정된 석면조사기관을 통한 석면조사를 의무화하고, 일정면적 또는 양 이상의 석면제거 시 등록된 석면해체·제거전문업체를 이용토록 하며, 작업완료 후 석면의 공기 중 농도 측정을 의무화(산업안전보건법 일부 개정법률, 2009년 2. 6. 공포)

개정된 법률에 따라 2009년 8월 7일부터 일정면적 이상의 건축물 또는 설비 해체·제거 시 노동부로부터 지정받은 석면조사기관을 통한 사전 석면조사, 등록된 전문업체를 통한 석면 해체·제거 및 작업완료 후 공기 중 석면농도 측정이 의무화되었다. 환경부는 유해화학물질관리법에 따라 백석면 및 백석면을 1% 이상 함유한 물질을 취급제한물질로, 나머지 다섯 가지 각섬석계 석면 및 각섬석계 석면을 1% 이상 함유한 물질을 취급금지물질로 규제하고 있으며, 폐기물관리법에 따라 석면을 1% 이상 함유하는 물질을 지정폐기물로서 엄격히 관리하고 있다.

석면의 직업적 환경적 노출을 예방하기 위한 우리나라의 공기 중 석면농도기준은 표 3과 같다. 국내에서 적용되는 있는 공기 중 석면농도 기준은 크게 작업자 개인 노출 농도와 환경 중 지역시료 농도로 구분할 수 있다.

작업자 개인노출 농도란 석면 또는 석면이 함유된 물질을 취급하거나 석면에 노출될 우려가 있는 작업자에 대한 석면농도 기준이다. 우리나라에서 석면은 허용기준 이하 유지 대상 유해인자로서 화학물질 및 물리적인자의 노출기준(노동부 고시 제 2009-3)에 따라 1일 8시간 시간가중평균(TWA, Time-Weighted Average) 농도 0.1 개/cm³로 규제되고 있다. 공기 중 농도 0.1 개/cm³는 1976년 미국 국립산업안전보건연구원(NIOSH)에서 석면의 발암성과 당시 일반적으로 적용가능한 분석방법인 위상차 현미경법을 고려하여 최초 권고한 것이다. 미국 국립산업안전보건연구원은 이 농도 기준을 발암성 이외의 석면 건강장해를 예방하고, 석면에 의한 암 발생 위험도를 실질적으로 낮추기 위한 농도 수준으로서 제안하였다. 그러나 석면에 의한 암 발생을

[표 3] 우리나라의 공기 중 석면농도 기준(2009년 9월 28일 현재)

부처	관련법규	대상	기준	비고
노동부	산업안전보건법	석면에 노출되는 근로자	0.1 개/cm ³	규칙 별표 11의3
		석면해체·제거 후 작업완료 확인	0.01 개/cm ³	규칙 제80조의9
		석면에 노출되는 근로자 (사무실)	0.01 개/cm ³	사무실 공기관리 지침 (노동부 고시 제2006-64)
환경부	다중이용시설 등의 실내공기질 관리법	다중이용시설	0.01 개/cm ³	시행규칙 별표 1, 3
교육부	학교보건법	학교 시설	0.01 개/cm ³	시행규칙 별표 4의2

완전히 막을 수 있는 방법은 석면의 사용금지 뿐이라고 권고하였다¹⁾. 따라서 동 석면농도 기준은 폐암이나 악성중피종과 같은 암 발생 위험으로부터 완전히 안전한 수준을 규정한 것은 아니므로, 석면과 같은 발암성물질은 공기 중 농도가 노출기준 이하이더라도 가능한 낮은 수준으로 유지하기 위해 노력해야 한다.

환경 중 지역시료 농도란 사무실, 석면해체·제거 후 작업장, 일반 대기 중의 공기 중 석면농도 기준으로 모두 0.01 개/cm³로 규제되고 있다(표 3. 참조). 이 농도는 위상차현미경을 이용한 공기 중 석면농도의 측정·분석 시 결과의 변이를 고려할 때 재현성 있게 평가 가능한 최소한의 농도 수준으로, 사실상 석면의 건강장해로부터 안전한 공기 중 석면농도 수준을 의미하는 것은 아니다. 따라서 공기 중 석면농도가 0.01 개/cm³ 이하라는 것은 공기 중에 석면을 포함한 섬유의 농도가 위상차현미경을 이용해 실질적으로 분석 가능한 최소 수준의 농도 이하라는 의미로 이해할 수 있다.

1) NIOSH/OSHA, Workplace Exposure To Asbestos: Review and Recommendations, DHHS(NIOSH) Publication 81-103, 1976

II. 편광현미경

1. 편광현미경의 구성

편광현미경이란 빛의 편광현상과 입자의 광학적 비등방성(optical anisotropy)을 이용해 입자의 형태와 내부 정보를 관찰할 수 있도록 설계된 광학현미경의 일종이다. 고형시료 중 석면분석을 위한 편광현미경의 구성 시 공통된 사양은 다음과 같다. 각각의 세부 사양은 현미경 제조사와 모델에 따라 다소 차이가 있으므로 제조사의 매뉴얼을 참조한다.

1) 본체(body) : upright binocular 또는 trinocular stand

Köhler 조명을 잘 구현할 수 있도록 설계된 투과조명방식의 현미경을 사용한다. 현미경 조명은 적어도 50W 이상의 밝은 램프 필라멘트를 사용하는 것이 석면섬유를 검출하고 분산염색 색깔을 관찰하는데 유리하다.

2) 대물렌즈(objective) : 10×, 20×, 40× 편광대물렌즈(polarized light objective)

10× 중앙차단식 분산염색대물렌즈
(central stop dispersion staining objective)

표본을 1차적으로 확대한 가상의 이미지를 형성하는 기능을 하는 렌즈이다. Plan achromat 또는 동등 수준 이상의 strain-free objective를 사용한다. 편광현미경에 사용하는 strain-free objective에는 P, Pol 등의 표기가 되어 있다. 10× 분산염색대물렌즈는 분산염색 색깔 관찰 시 사용되는 대물렌즈로 후방초점면(back focal plane)의 중앙에 검은색 원형의 "stop"이 있는 형태의 대물렌즈이다.

3) 대물렌즈 장착대(nosepiece) : objective centerable type

대물렌즈가 장착되는 부품으로, 대물렌즈와 재물대 회전축과의 중심이 일치하도록 조절 가능한 objective-centerable 타입을 사용한다.

4) 대안렌즈(eyepiece) : 10× diopter adjustable wide-field type

대물렌즈에서 확대된 가상의 이미지를 2차적으로 확대하는 기능을 하는 렌즈이다. 일반적으로 wide-field type이며 high eye-point가 구현되는 대안렌즈가 시판되고 있다. 석면 분석 시에는 하나의 대안렌즈에 십자선(cross-hair) 또는 스케일(scale)이 인쇄된 레티클(reticle)을 삽입하여 사용한다. 필요 시 10× 이

상 높은 배율의 대안렌즈도 사용 가능하다.

5) 집광기(condenser) : swing-out top lens condenser

표본을 일정한 각도의 빛을 집광하여 조명하는 부품으로, 대물렌즈보다 높은 개구수의 것을 사용한다. 분산염색 색깔 관찰을 위해 탑 렌즈(top lens)의 제거가 가능한 형태(swing-out top lens condenser)를 사용한다.

6) 재물대(stage) : 360° graduated rotating circular stage with venier

360° 회전이 가능한 원형의 재물대로 가장자리에 0~360° 까지 매 1° 마다 눈금이 새겨진 버니어가 장착되어 있는 것을 사용한다. 현미경 시야에서 재물대의 회전 중심이 미리 맞춰진 pre-centered type 또는 조절나사를 이용해 중심 맞출 수 있는 centerable type의 재물대를 사용한다. 정량분석에 포인트계수법을 사용 시 재물대에 탈부착이 가능한 형태로서 X, Y축으로 표본을 이동시킬 수 있는 별도의 장치를 추가사용하면 편리하다.

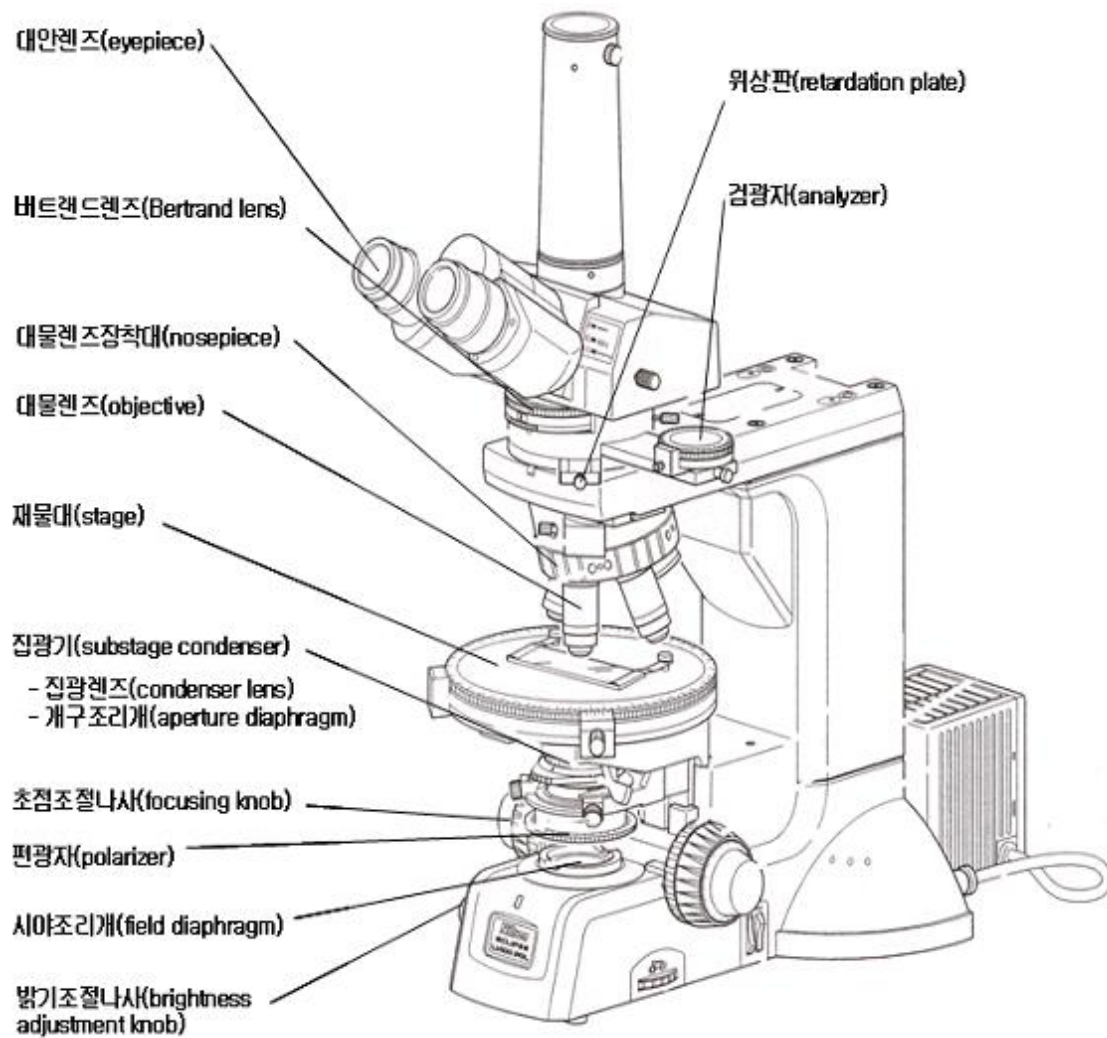
7) 위상판(retardation plate) : first order(full wave) retardation plate

입자의 신장부호를 관찰할 때 사용한다. 광로차 540 ± 20 nm인 것을 사용한다.

8) 버트랜드렌즈(Bertrand lens)

현미경 조명의 광로를 바꾸어 conoscopic viewing이 가능하도록 하는 부품이다. 석면 분석 시에는 분산염색 색깔 관찰 시 대물렌즈의 스탑을 관찰하며 개구조리개의 적절한 개방수준 조절 시 사용된다.

9) 기타 : 편광자(polarizer), 검광자(analyser)



[그림 1] 편광현미경의 주요 부위별 명칭

2. Köhler 조명

광학현미경을 통해 이미지를 관찰할 때 표본을 조명하는 방법은 양질의 이미지를 관찰하기 위한 가장 중요한 요소 중의 하나이다. Köhler 조명(Köhler illumination)은 광학현미경에서 표본을 조명하는 방법 중 하나로서, 1893년에 독일 Carl Zeiss사의 August Köhler가 고안하였다. 이 조명방법을 사용하면 시야 전체를 밝고 균일하게 조명하고 눈부심 현상을 최소화하며 현미경의 분해능과 초점심도를 향상시켜 좋은 이미지를 관찰할 수 있으므로, 현대 대부분의 광학현미경에서 채택하고 있다. 따라서 광학현미경에서 좋은 이미지를 관찰하기 위해서는 Köhler 조명이 잘 구현되도록 해야 한다.

Köhler 조명을 구현하기 위해서는 현미경의 여러 광학부품의 위치를 적절히 조절하여 다음 2 개의 켈레이미지(conjugate image)가 형성되도록 해야 한다. 켈레이미지란 현미경의 광학경로 상에서 동시에 초점이 맞는 면의 이미지를 말하는 것이다. 그림 2에서 (a)는 우리가 관찰하는 표본의 이미지를 형성하는 빛의 광학경로를 나타낸 그림으로 시야조리개, 표본, 대안렌즈의 전방초점면(front focal plane)에서 동시에 초점이 맞는 켈레이미지가 형성된다. 반면에 (b)는 현미경 조명이 형성하는 광학경로를 나타낸 그림으로서 램프 필라멘트, 개구조리개, 대물렌즈의 후방초점면(back focal plane)에서 동시에 초점이 맞는 켈레이미지가 형성된다.

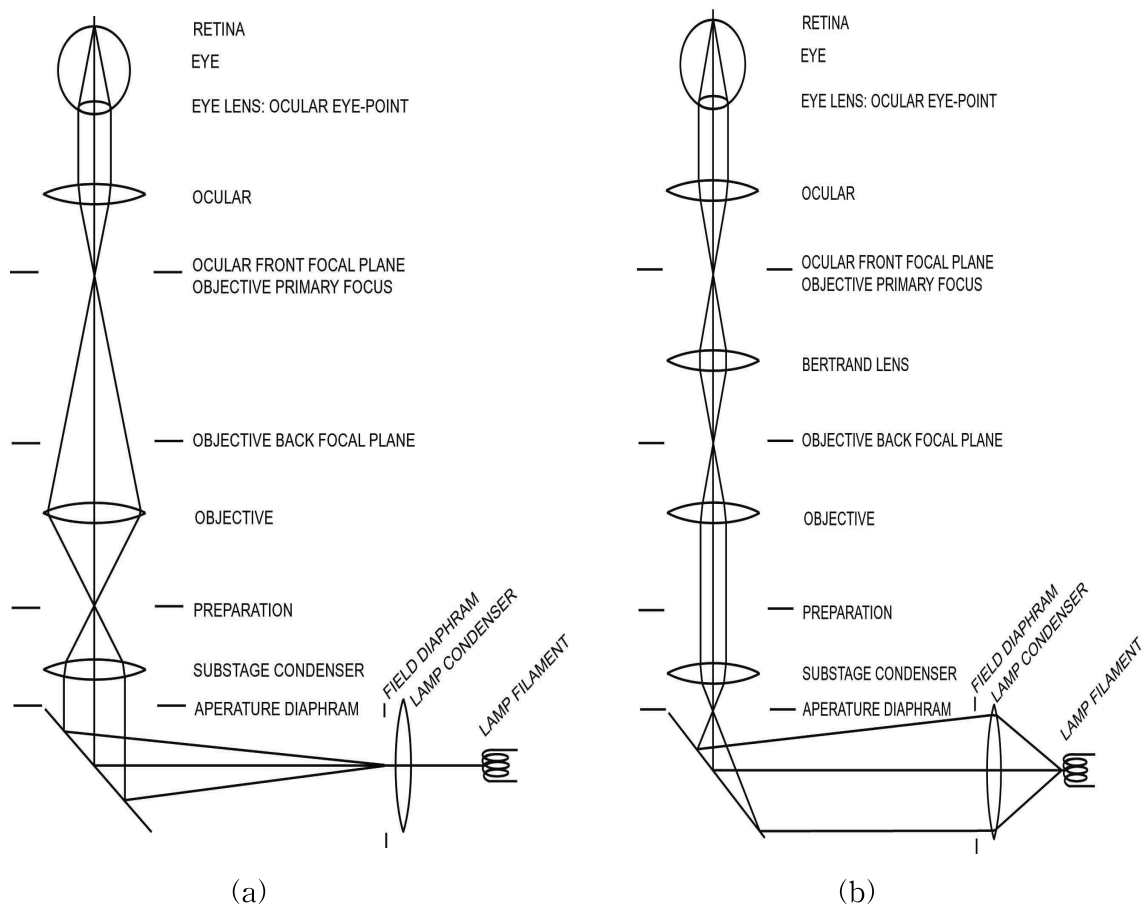
켈레이미지를 형성시켜 좋은 Köhler 조명을 구현하기 위해서는 현미경의 광학부품을 조절하여 다음과 같은 요건을 만족시켜야 한다.

- 1) 램프 필라멘트의 이미지가 개구조리개의 개구부와 대물렌즈의 후방초점면에서 초점과 중심이 맞아야 하며, 전체 시야에 가득 채워져 보여야 함
- 2) 시야조리개의 이미지가 표본 및 관찰하는 시야에서 초점과 중심이 맞아야 하며, 관찰하는 시야의 넓이만큼 개방되어야 함

최근에 시판되고 있는 현미경 모델들은 대부분 램프 필라멘트의 중심과 초점이 미리 맞춰져 고정된 형태(pre-centered type)로 램프 필라멘트와 램프 집광기의 조절이 필요 없거나, 광학경로 상에 디퓨저(diffuser) 등 광학부품이 삽입되어 필라멘트의 이미지를 직접 관찰할 수 없는 경우가 많으므로 현미경 조작 시 상기 요건 1)은 생략할 수 있다. 따라서 요건 2)를 만족하도록 현미경을 부품을 조작하면 좋은 Köhler 조명을 구현할 수 있다.

동일한 사양의 현미경을 사용하더라도 현미경의 조절 상태에 따라 관찰되는 이미지의 질은 크게 차이날 수 있다. 석면분석 시 나쁜 이미지는 검출한계를 높여서 분석상의 오류를 일으킬 수 있으므로, 분석자는 항상 최상의 이미지를 관찰할 수 있도록 현미경을 관리하고, 매일 일련의 연속된 분석을 시작하기 전에 현미경이 최상의 분해능을 구현할 수 있도록 조절한 후 사용해야 한다.

다음은 현미경에서 Köhler 조명을 구현하기 위한 일반적인 현미경 조절과정이다. 세부 과정은 제조사와 장비 모델에 따라 다소 차이가 있으므로 제조사의 매뉴얼을 참고한다.



[그림 2] Köhler 조명의 광학경로; (a)orthoscopic viewing: 시야조리개, 표본, 대안 렌즈의 전방초점면이 켈레이미지를 형성 (b)conoscopic viewing: 램프 필라멘트, 개구조리개, 대물렌즈의 후방초점면이 켈레이미지를 형성

- 1) 두 대안렌즈 사이의 거리를 조절하여 분석자의 동공 사이의 거리에 맞도록 시간거리(interpupillary distance)를 조절한다.
- 2) 현미경을 명시야법(bright field microscopy)이 구현되도록 세팅한다.
 - ※ 집광기(substage condenser)의 집광렌즈(condenser top lens)가 광로에 삽입되어 있고, 버트랜드렌즈(Bertrand lens), 검광자(analyser), 위상판(retardation plate)이 삽입되어 있지 않은 상태로 세팅한다.
- 3) 대물렌즈장착대(nosepiece)를 돌려 40× 대물렌즈를 표본에 맞춘다.
- 4) 작은 점 형태의 입자가 잘 관찰되는 적당한 표본을 현미경 재물대 위에 올려 놓고 초점을 맞춘다.
- 5) 대안렌즈를 각각 한쪽 눈으로 관찰하며 다이옵터(diopter)를 조절하여 표본 또는 레티클(reticle)이 가장 또렷하게 관찰되도록 한다.
- 6) 표본 중의 한 점을 선택하여 시야(십자선 또는 스케일)의 중심에 오도록 표본을 이동시킨 후 초점을 맞춘다.
 - ※ 초심자의 경우 10배의 낮은 배율의 대물렌즈로 초점을 맞춘 후 40배 대물렌즈를 사용하면 보다 쉽게 초점을 맞출 수 있다.
- 7) 재물대를 돌려 입자가 회전하면 입자가 회전하는 원의 중심이 시야의 중심에 오도록 재물대 중심조절나사(stage centering screw)와 대물렌즈 중심조절나사(objective centering screw)를 조절한다.
 - ※ 재물대를 돌려서 표본이 회전 시, 회전의 중심축이 시야의 중앙(십자선의 중앙교차점 또는 스케일의 중앙)에 오도록 재물대 중심조절나사 또는 대물렌즈 중심조절나사를 조절한다.(좌우, 상하 방향으로 회전하여 이동하는 지름의 1/2 만큼 시야의 중심방향으로 이동한다. 중심이 잘 맞을 때 까지 수회 반복한다.)
- 8) 시야조리개(field diaphragm)와 개구조리개(aperture diaphragm)를 최대한 연다.
- 9) 재물대 하단의 집광기(substage condenser)를 최대 높이로 올린다.
 - ※ 이때 집광기가 표본과 닿지 않도록 주의한다.
- 10) 시야조리개를 최대한 닫고 집광기의 높이를 조절하여 시야조리개 개구부 가장자리(보통 8각형)가 또렷하게 보이도록 초점을 맞춘다.
- 11) 집광기 중심조절나사를 조절하여 시야조리개의 개구부가 시야의 중앙에 오도록 맞춘 후 개구부가 시야에 접하도록 연다.
- 12) 개구조리개의 개구부를 조절하여 적절한 이미지가 관찰되도록 한다.
 - ※ 개구조리개의 개구부가 작아질수록 이미지의 분해능과 밝기는 감소하나 명암은 증

가하고, 반대로 개구조리개의 개구부가 커질수록 이미지의 분해능과 밝기는 증가하고 명암은 감소한다. 최대로 연 후 점차 좁혀가며 최상의 이미지를 얻도록 조절하되 필요에 따라 적절한 수준으로 조절하여 사용한다.

- 13) 20×, 10× 편광대물렌즈, 10× 분산염색대물렌즈의 순으로 6), 7)의 과정을 반복하여 대물렌즈의 중심을 맞춘다.

※ 대물렌즈장착대(nosepiece)의 대물렌즈 중심조절나사를 이용하여 조절한다. 이때 집광기 중심조절나사 또는 재물대 중심조절나사를 이용하지 않도록 주의한다.

3. 측미법

현미경을 이용하면 매우 작은 입자의 선형 길이나 거리를 정확하게 측정할 수 있다. 현미경을 이용한 길이 측정에는 보정된 대안렌즈의 스케일을 이용한 길이 측정법, 버니어가 장착된 재물대를 이용한 길이 측정법, 자동노출방식사진현미경을 이용한 길이 측정법 등 다양한 방법이 사용된다. 이러한 현미경을 이용한 길이 측정은 입자의 특성을 분석할 때에도 유용하게 사용된다.

현미경의 대안렌즈에는 다양한 눈금이 새겨진 레티클(reticle)을 삽입할 수 있으며, 현미경 시야 상에서 관찰되는 입자는 레티클에 새겨진 스케일을 이용해 길이를 직접 측정할 수 있다. 그러나 대안렌즈의 스케일은 현미경의 관찰 배율에 따라 시야 상에서 표본과 중첩되는 길이가 달라지므로, 레티클의 스케일을 이용하여 길이를 측정하기 위해서는 우선 관찰하는 배율에 따라 스케일의 길이를 보정해야 한다. 대안렌즈 레티클의 스케일을 보정하는 일반적인 과정은 아래와 같다.

- 1) 재물대에 스테이지 마이크로미터(stage micrometer)를 올려 놓는다.
 - 2) 10× 대물렌즈를 표본에 맞춘다.
 - 3) 스테이지 마이크로미터의 눈금이 뚜렷하게 보이도록 현미경의 초점을 적절히 조절한다.
 - 4) 스테이지 마이크로미터와 재물대를 조절하여 스테이지 마이크로미터의 눈금과 대안렌즈 스케일의 눈금이 서로 평행하게 겹치도록 한 후, 대안렌즈 눈금의 한쪽 끝이 스테이지 마이크로미터의 임의의 한 눈금과 겹치도록 조절한다.
- ※ 1 mm (10 μ m/눈금 $\times$ 100 눈금)의 대안렌즈 스케일을 사용하면 편리하다.
- 5) 서로 겹치는 한쪽 눈금부터 다음 겹치는 눈금까지 스테이지 마이크로미터의 눈금 수(S.S.)와 대안렌즈 스케일의 눈금 수(O.S.)를 각각 센다.
 - 6) 다음 식을 이용하여 대안렌즈 스케일의 한 눈금의 길이를 계산한다.

$$\begin{aligned} & \text{대안렌즈 스케일 한 눈금의 길이} \\ &= \frac{(\text{스테이지 마이크로미터의 눈금 수}) \times (\text{스테이지 마이크로미터 한 눈금의 길이})}{(\text{대안렌즈 스케일의 눈금 수})} \end{aligned}$$

- 7) 20×, 40× 대물렌즈에 대해서도 10× 대물렌즈와 동일한 방법으로 보정한다.

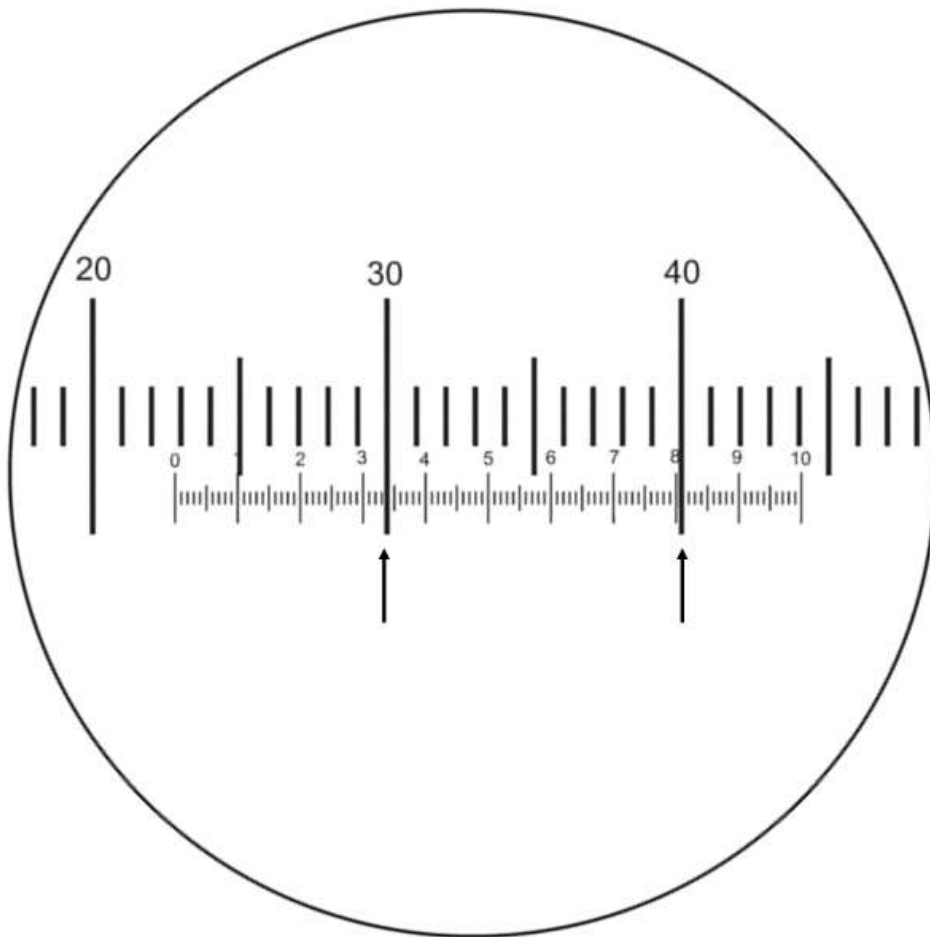
<예제>

스테이지 마이크로미터를 재물대에 올려 놓고 400배 배율에서 [그림 3]과 같이 관찰된 경우, 대안렌즈 스케일의 한 눈금의 길이 계산해보자. (이때, 사용한 스테이지 마이크로미터의 규격은 $10\ \mu\text{m}/\text{눈금} \times 100\ \text{눈금}$)

-> 그림에서 겹치는 구간의 눈금 수를 세어보면, 스테이지 마이크로미터의
 눈금 수(S.S.) = 10 눈금, 대안렌즈 스케일의 눈금 수(O.S.) = 47 눈금 이다.
 주어진 식에 대입하여 계산하면

$$(10\ \text{눈금}) \times (10\ \mu\text{m}/\text{눈금}) / (47\ \text{눈금}) = 2.1\ \mu\text{m}/\text{눈금}$$

따라서 본 예시에 사용된 현미경으로 400배 배율로 표본 관찰 시, 시야 상에서 보정된 대안렌즈 스케일 한 눈금의 길이는 $2.1\ \mu\text{m}$ 에 해당된다.



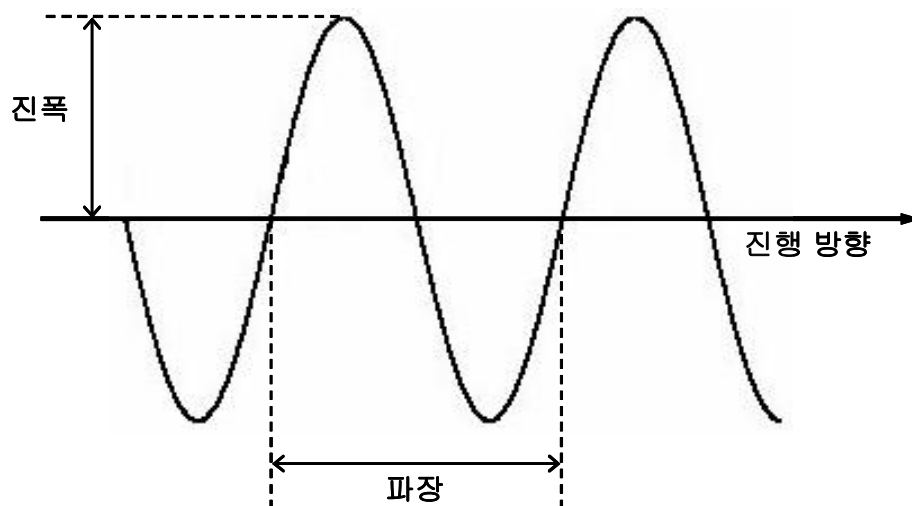
[그림 3] 스테이지 마이크로미터를 이용한 대안렌즈 스케일의 보정 예시

III. 기초광학

1. 빛의 굴절

현대 물리학에서 빛은 입자의 성질과 전자기 파동의 성질을 동시에 가지는 것으로 설명되어지며 이를 빛의 파동-입자의 이중성(wave-particle duality)이라 한다. 빛의 여러 현상을 설명할 때에는 일반적으로 이러한 빛의 두 가지 성질 중 하나를 이용하여 입자 또는 파동으로서 설명하는데, 특히 빛의 여러 물리적 현상을 설명할 때에는 빛을 입자보다는 파동으로서 설명하는 것이 이해에 도움이 된다.

전자기 파동을 형성하며 한 방향으로 진행하는 빛의 거동을 그림 1에 나타내었다. 그림에서 파동의 중심으로부터 가장 먼 지점까지의 수직거리를 **진폭(amplitude)**이라고 한다. 진폭은 빛의 **세기(intensity)**를 결정하는 요소로서, 빛의 진폭은 광학현미경에서 관찰되는 이미지의 **명암(contrast)**을 결정하는 요소이다. 또한 그림의 빛의 전자기 파동에서, 파동이 반복되는 최소단위의 거리를 **파장(wavelength)**이라고 하며 로마자 “ λ ”로 표기한다. 가시광선 영역의 빛은 파장에 따라 색깔이 달라지므로, 빛의 파장은 광학현미경에서 관찰되는 이미지의 색을 결정하는 요소이다.



[그림 4] 빛의 전자기 파동

광학에서 진공, 공기, 유리와 같이 빛이 투과하며 이동할 수 있는 매질을 **광학매질(optical medium)**이라고 한다. 빛은 광학매질을 이동(투과) 시 매질의 특성에 따라 일정한 직선방향의 진행속도를 갖는다. 예를 들어, 빈 공간인 진공상태에서 빛의 속도는 약 3×10^{10} cm/s 이다. 반면에 공기나 유리와 같이 밀도가 높은 매질을 투과 시 빛의 속도는 진공상태에 비해 상대적으로 느려진다. 이와 같이 빛의 진행속도가 상대적으로 느린 광학매질을 **광학밀도(optical density)**가 높다고 하며, 반대로 진공상태와 같이 빛의 진행속도가 상대적으로 빠른 광학매질을 광학밀도가 낮다고 표현한다. 이러한 광학밀도를 정량적으로 표현할 때에는, 진공을 투과 시 빛의 속도($V_{vac} \approx 3 \times 10^{10}$ cm/s)에 대한 해당 광학매질을 투과 시 빛의 속도(V_{sub})의 상대적인 비율로 아래 식과 같이 나타낸다. 이것을 광학매질의 **굴절률(refractive index, n_{sub})**이라 한다.

$$n_{sub} = \frac{V_{vac}}{V_{sub}}$$

위 식에서 어떤 광학매질의 굴절률은 빛의 투과속도에 반비례하며, 이때 빛의 투과속도는 투과하는 광학매질의 밀도, 분자량 등 화학조성에 따라 달라진다. 광학매질의 밀도가 높을수록 빛의 투과속도는 느려지고 굴절률은 증가한다. 석면과 같은 격자(lattice) 상태의 결정형 고체에서는 원자의 배열이 촘촘할수록 밀도가 증가하므로 굴절률도 증가하며, 원자의 배열이 성글수록 밀도가 감소하므로 굴절률은 감소한다. 어떤 물질의 빛의 투과속도는 물질 고유의 특성이므로 굴절률을 측정하면 물질의 종류 등 내부 특성을 유추할 수 있다.

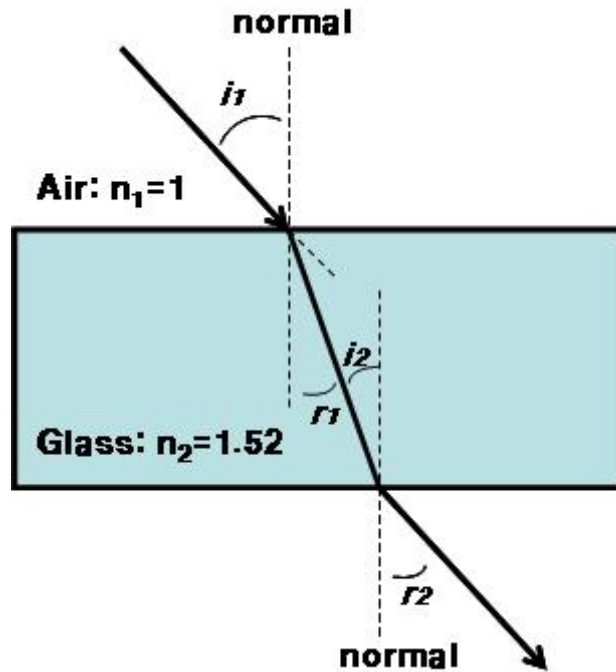
굴절률은 빛의 파장에 따라서도 달라진다. 빛의 파장이 짧을수록 빛과 매질의 상호작용이 증가하므로 굴절률은 증가한다. 따라서 삼각형의 프리즘에 백색광을 주사하면 파장이 짧은 파란색부터 파장이 긴 붉은색 까지 파장별로 굴절률에 따라 굴절되는 **빛의 분산(dispersion)**이 일어나므로 백색광의 연속 스펙트럼인 무지개와 같은 색 변화를 관찰할 수 있다.

다음은 그림 5와 같이 빛이 광학밀도가 서로 다른 한 매질에서 다른 매질로 비스듬한 각도로 입사하는 경우를 생각해보자. 이런 경우에는 두 매질의 경계면에서 빛의 진행방향이 바뀌는 현상이 일어난다. 이러한 빛의 진행방향의 변화를 빛의 **굴절(refraction)**이라 한다. 이때 빛이 굴절되는 정도(각도의 변화)는 두 매질의 굴절률의 차에 비례하는 일정한 법칙을 따르는데 이것을 **빛의 굴절법칙(law of refraction)** 또는 **Snell의 법칙(Snell's law)**이라 한다.

빛이 두 매질의 경계면을 통과할 때 굴절되는 각도와 두 매질의 굴절률 사이에는 다음 식과 같은 관계가 성립된다.

$$\frac{n_r}{n_i} = \frac{\sin i}{\sin r}$$

이때, i =입사각, r =굴절각



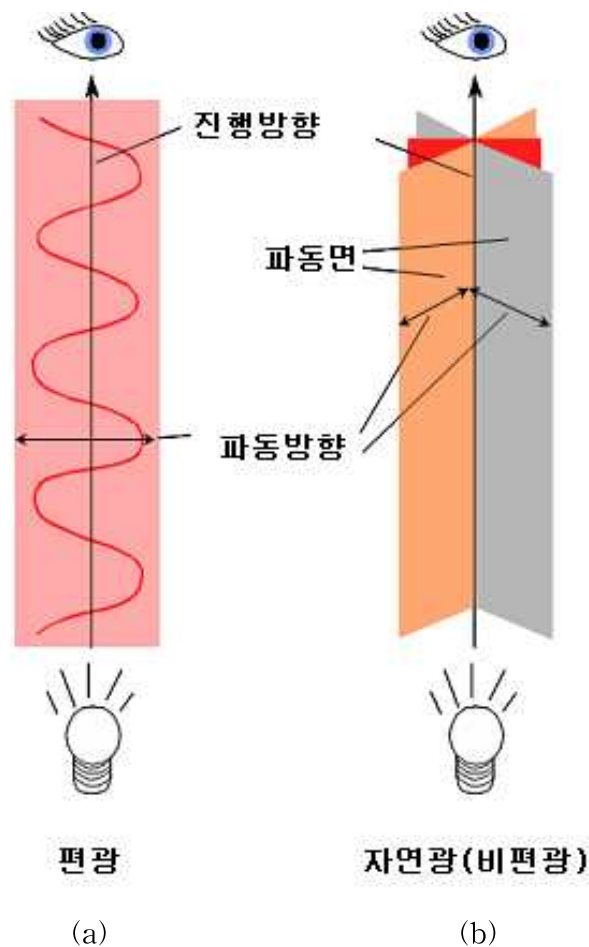
[그림 5] 빛의 굴절법칙

그림 5에서 빛이 굴절률이 낮은 매질인 공기($n=1.00$)에서 굴절률이 높은 매질인 유리($n=1.52$)로 입사면에 수직인 법선(normal, N)으로부터 입사각 i_1 의 각도를 이루며 통과 시, 빛은 두 매질의 경계면에서 법선에 가까운 방향으로 굴절하여 법선으로부터 r_1 의 각도로 진행한다. 반대로 빛이 굴절률이 높은 매질인 유리에서 굴절률이 낮은 매질인 공기로 통과 시, 빛은 두 매질의 경계면의 법선에서 먼 방향으로 굴절하여 진행방향이 바뀐다. 이와 같이 빛이 서로 굴절률이 다른 두 매질의 경계면을 통과 시에는 두 매질의 굴절률 크기에 따라 빛의 진행방향이 바뀌게 되며, 이때 빛의 굴절법칙을 이용하면 굴절률을 통해 굴절에 의한 빛의 진행방향을 예측할 수 있다. 빛의 굴절법칙은 광학렌즈와 이를 이용한 망원경, 카메라 등 각종 광학기기의 근간이 되는 원리이다. 광학현미경에서도 빛의 굴절법칙을 이용하여 작은 사물을 확대하여 관찰할 수 있다.

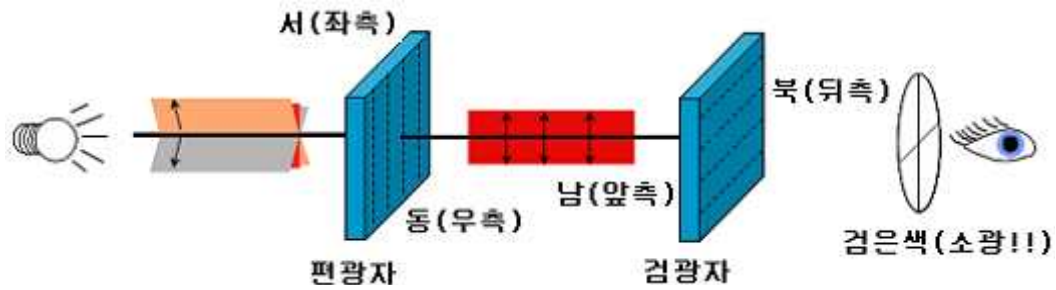
2. 편광

2.1. 빛의 편광현상

태양광과 대부분의 자연적인 조명은 그림 6의 (b)와 같이 빛의 진행방향에 수직인 모든 방향으로 전기장 벡터의 파동을 형성한다. 반면에 (a)와 같이 빛의 전기장 벡터가 형성하는 파동면이 어떤 물질에 의해 하나의 동일한 평면으로 제한되는 경우, 이러한 빛을 **평면편광(plane-polarized light)**이라 한다. 편광현상은 인간의 시각으로 직접 관찰할 수는 없으며 광학기기를 사용하여 빛의 색 변화나 세기의 변화 등을 이용해 간접적으로 관찰 가능하다. 현대의 광학기기에서는 자연광으로부터 평면편광을 얻기 위해 주로 편광필터를 사용한다.



[그림 6] 편광과 비편광; (a)편광: 빛의 전기장 벡터가 진행방향에 수직인 하나의 동일한 평면으로만 파동면을 형성, (b)자연광(비편광): 빛의 전기장 벡터가 진행방향에 수직인 모든 방향(360°)으로 파동면을 형성

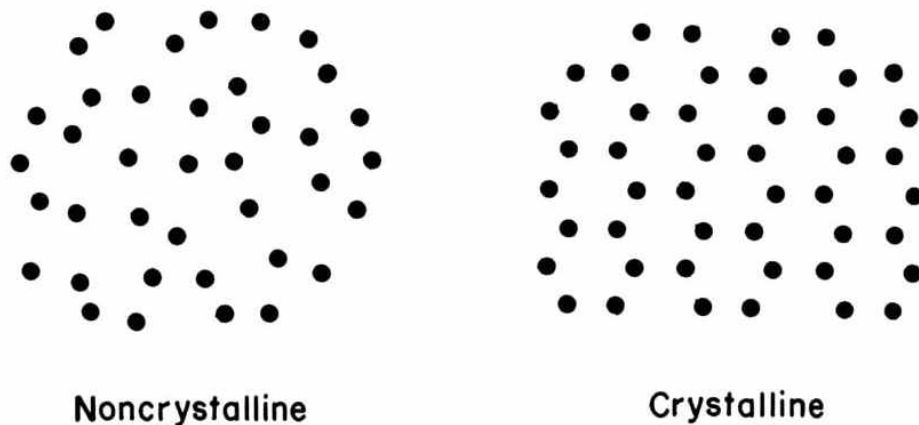


[그림 7] 빛의 교차편광 현상

그림 7은 비편광인 자연광이 두개의 편광필터를 통과 시 나타나는 현상을 표현한 것이다. 최초 입사하는 자연광의 전기장 벡터는 첫 번째 편광필터를 통과하기 전까지 빛의 진행방향에 수직인 모든 평면방향(360°)으로 파동면을 형성한다. 첫 번째 편광필터를 통과하면서 빛은 편광필터의 편광 투과축과 일치하는 방향(동서방향)의 빛만 투과되게 된다. 이 빛이 두 번째 편광필터를 통과 시에는 그림과 같이 두 번째 편광필터의 빛의 투과축 방향이 첫 번째 편광필터의 빛의 투과축 방향과 수직(남북방향)으로 놓여진 경우, 빛은 두 번째 편광필터를 통과하지 못한다. 그림 7과 같은 구성에서 빛의 진행방향(조명)으로부터 첫 번째 편광필터를 **편광자(polarizer)**라 하고, 두 번째 편광필터를 **검광자(analyser)**라 한다. 편광현미경의 관찰 상태는 검광자의 삽입 여부에 따라 크게 두 가지로 구분된다. 빛의 진행경로에 검광자 없이 편광자만으로 구성된 경우를 **단일편광(one polar)**, 검광자가 삽입된 구성을 **교차편광(crossed polars)**이라 한다. 편광현미경에서 편광자는 현미경의 개구조리개와 시야조리개 사이에 위치하며 편광의 투과축을 시야 상의 동서(좌우)방향으로 배치해 사용한다. 검광자는 현미경의 대물렌즈와 대안렌즈 사이에 위치하며 편광의 투과축을 시야 상의 남북(앞뒤)방향으로 배치하여 사용한다.

2.2. 결정구조

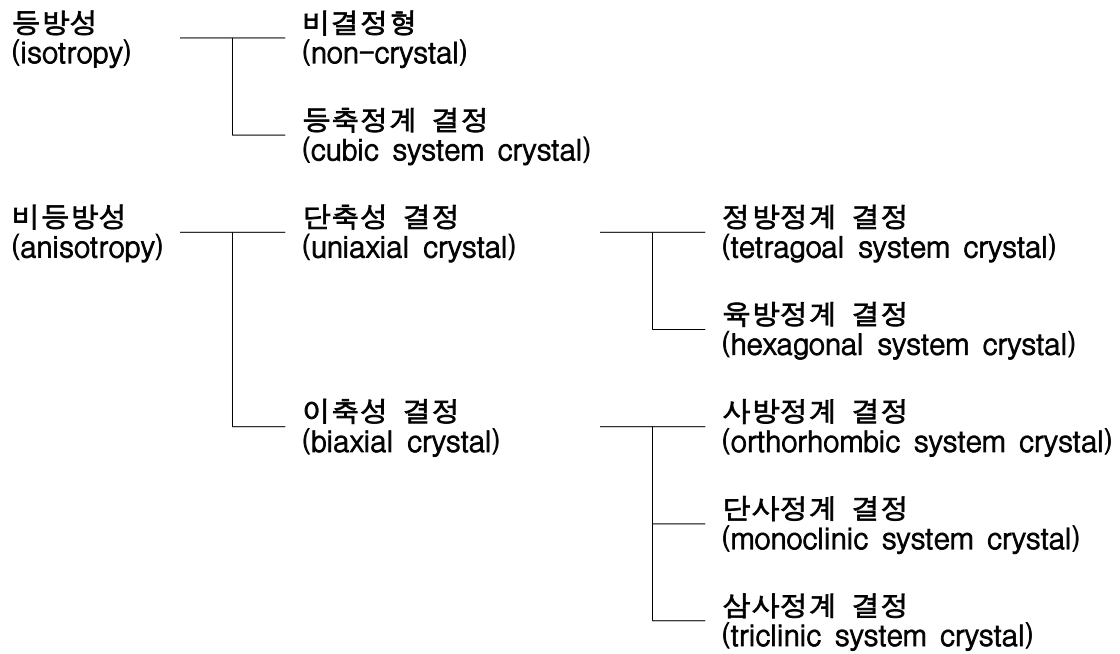
물질의 **결정구조(crystal structure)**란 입자를 구성하는 요소(원자, 이온 등)들의 3차원적 배열이 규칙적으로 반복되는 것을 말한다. 어떤 물질을 구성하는 요소들이 3차원적으로 규칙적으로 반복되는 배열을 가질 때 그 물질은 **결정형구조(crystalline structure)**를 가진다고 한다. 반대로 물질을 구성하는 요소들이 불규칙적으로 임의로 배열되어 있는 경우를 **무정형(amorphous)** 또는 **비결정형구조(non-crystalline structure)**라고 한다. 결정형구조를 가지는 입자에서 원자 또는



[그림 8] 결정형 구조와 비결정형 구조 (2차원적 도식)

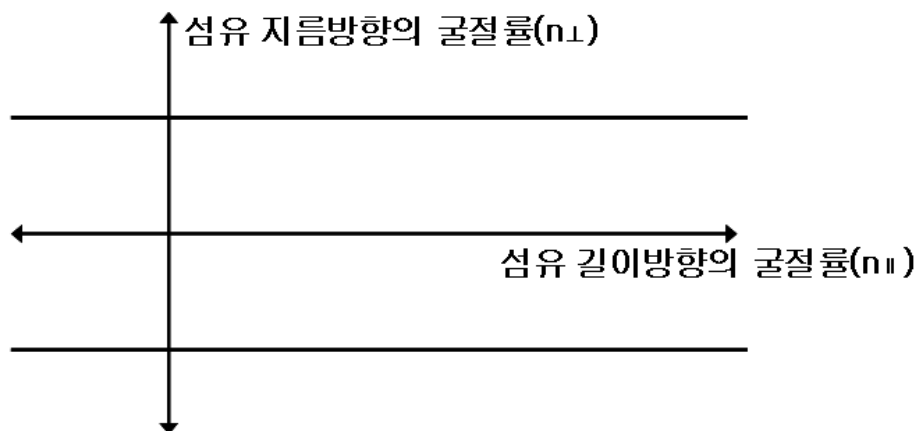
이온 등 반복되는 개체의 3차원 배열을 연결한 가상의 선과 이로 구성되는 서로 수평인 평면을 이은 최소한의 반복되는 구조를 **단위구조(unit cell)**라 하는데, 이러한 단위구조는 대칭구조에 따라 그림 11의 (a)~(f)와 같은 모두 여섯 가지의 **결정계(crystal system)**으로 구분할 수 있다. 이와 같은 결정계가 중요한 이유는 입자의 결정계에 따라 빛이 입자를 투과할 때 보이는 물리적 특성인 결정광학 특성이 달라지고, 결정의 형태가 결정되기 때문이다. 이와같이 내부 격자의 배열, 즉 결정계에 따라 나타나는 결정의 외형을 **결정형(crystal form)**이라 하고, 반면에 내부 격자의 배열과 관계없이 입자가 거시적으로 보이는 일반적인 형태는 **결정습성(crystal habit)**이라 한다.

그림 9에는 입자의 결정구조(결정계)에 따른 광학적 성질을 구분하였다. 빛은 입자를 투과 시 입자의 결정구조에 따라 하나, 둘 또는 세 개의 굴절률을 보인다. 빛이 입자를 투과 시 하나의 굴절률만을 보이는 입자를 **등방성(isotropic)** 입자라 하고, 이러한 광학적 성질을 **등방성(isotropy)**이라 한다. 유리와 같은 무정형의 입자나 소금(NaCl)과 같은 등축정계(cubic system)의 결정이 이에 해당된다. 등축정계 결정은 모든 결정축을 따라 원자(이온)의 배열이 등간격이므로, 방향에 상관없이 하나의 굴절률만을 보이는 등방성 입자이다. 반면에 빛이 입자를 투과할 때 두개 이상의 굴절률을 보여 편광의 투과방향에 따라 굴절률이 달라지는 입자를 **비등방성(anisotropic)** 입자라 하고, 이러한 광학적 성질을 **비등방성(anisotropy)**이라 한다. 석면의 결정계는 안소필라이트석면이 사방정계(orthorhombic system), 나머지 다섯가지 석면은 단사정계(monoclinic system)이다. 따라서 모든 석면은 세 개의 굴절률을 보이는 이축성 결정이며 광학적 비등방성을 보인다. 그러나 분석의 편이를 위해

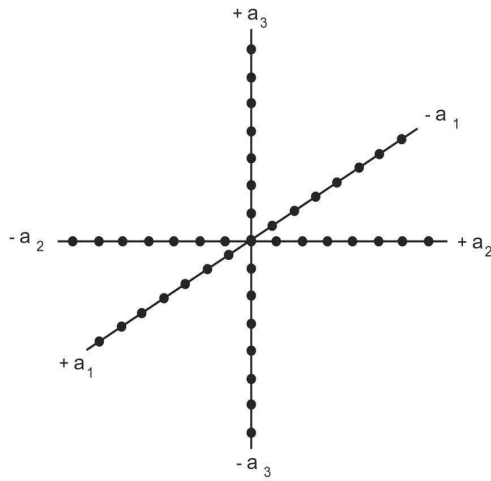


[그림 9] 결정계에 따른 광학특성 구분

일반적으로 석면과 같은 섬유상 물질의 굴절률은 그림 10과 같이 **섬유 길이방향의 굴절률($n_{\parallel}$)**과 **지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)**로 단순화하여 2개의 굴절률을 가지는 단축성 결정으로 간주하여 분석에 이용해도 무방하다.

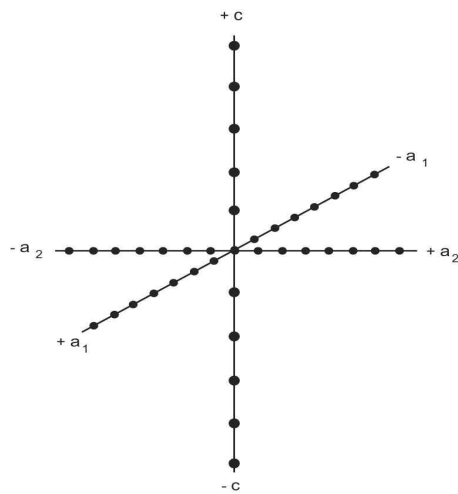


[그림 10] 섬유상 입자의 굴절률



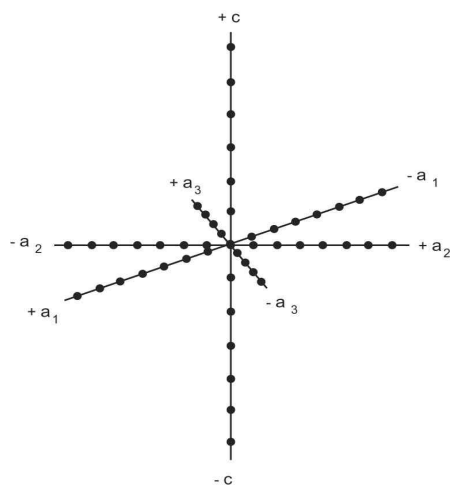
(a) 등축정계(cubic system)

서로 수직인 3개의 축(a_1 , a_2 , a_3)을 따라 원자가 등간격으로 배열; 등방성임(모든 방향의 굴절률이 같음)



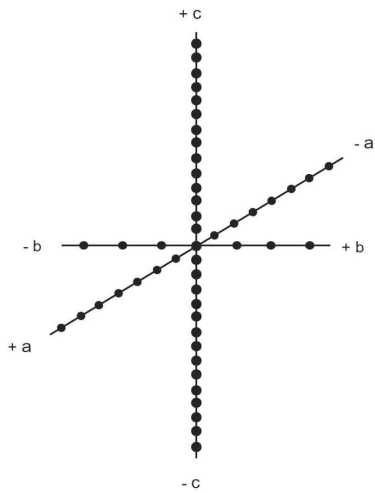
(b) 정방정계(tetragonal system)

서로 수직인 3개의 축 중 두개의 축(a_1 , a_2)을 따라 원자가 등간격으로 배열, 나머지 한 축(c)는 원자배열 간격이 다른 두 축에 비해 크거나 작음; 두개의 굴절률을 가짐(ϵ : c 축 방향, ω : a_1 - a_2 평면 방향)



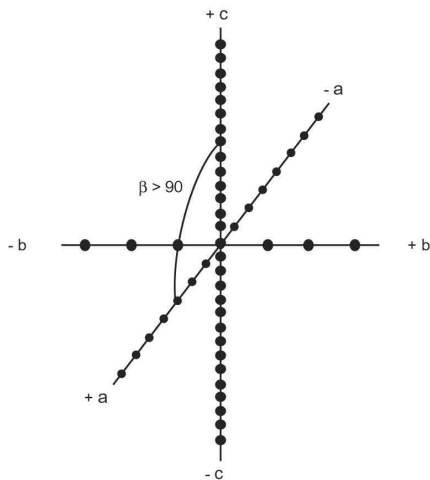
(c) 육방정계(hexagonal system)

서로 120° 각도로 3개의 축(a_1 , a_2 , a_3)이 동일 평면을 형성하고 원자가 등간격으로 배열, 이에 수직인 축(c)는 원자배열 간격이 다른 두 축에 비해 크거나 작음; 두개의 굴절률을 가짐(ϵ : c 축 방향, ω : a_1 - a_2 - a_3 평면 방향)



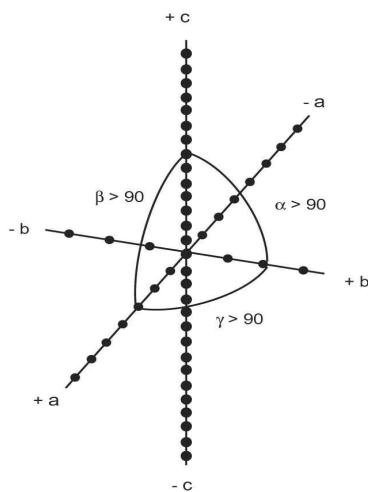
(d) 사방정계(orthorhombic system)

수직인 3개의 축(a , b , c)이 서로 다른 원자배열 간격을 가짐; 세 축을 따라 3개의 굴절률(α , β , γ)을 가짐



(e) 단사정계(monoclinic system)

3개의 축(a , b , c)이 서로 다른 원자배열 간격을 가짐. a 축은 c 축과 직교하지 않으면서 동일평면을 형성하고, b 축은 a - c 평면에 직교; 3개의 굴절률(α , β , γ)을 가짐; 이중 하나는 b 축 방향이고 나머지 둘은 a - c 평면 방향)



(f) 삼사정계(triclinic system)

서로 비스듬한 3개의 축(a , b , c)이 서로 다른 원자배열 간격을 가짐. 3개의 굴절률(α , β , γ)을 가짐

[그림 11] 여섯 가지 결정계

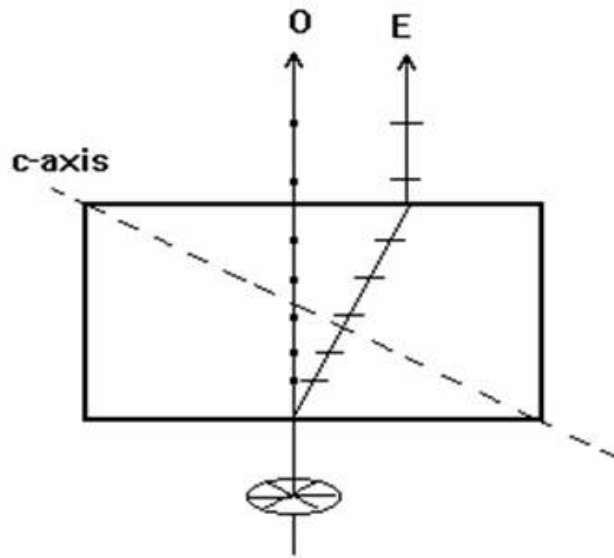
2.3. 비등방성 결정의 복굴절 현상

복굴절 현상이란 빛이 비등방성 결정을 투과할 때 두개 이상의 굴절률을 보이는 빛의 물리적 분리 현상을 말한다. 최초의 복굴절 현상은 그림 12와 같이 빙주석 결정을 통해 물체를 관찰할 때 두 개의 이미지가 관찰되는 현상을 통해 발견되었다. 그림에서 두 이미지 중 하나는 유리를 통해 관찰할 때와 같이 동일한 정상적인 위치에 생성되고, 다른 하나의 이미지는 빛이 굴절하여 정상적인 위치에서 어긋난 위치에 생성된다. 이와 같이 두개의 이미지가 관찰되는 것은 빛이 빙주석을 투과 시 서로 경로가 분리되기 때문에 발생하는 현상이다.

빛이 빙주석 결정을 투과 시, 빛은 두 경로로 나누어지고, 서로 다른 굴절률을 보이며, 전자기 벡터의 방향이 서로 수직인 방향(빙주석의 결정축 방향)으로 평면편광된다. 이렇게 분리된 두 무리의 빛 중 일반적인 빛의 굴절법칙에 따라 거동하는 빛을 정상파(ordinary ray, O)라 하고 이와 달리 거동하는 빛을 비정상파(extraordinary ray, E)라 한다.



[그림 12] 빙주석의 복굴절 현상



[그림 13] 빙주석 결정 투과 시 빛의 분리; O: 정상파, E: 비정상파, c-axis: 결정축

빛이 복굴절을 보이는 결정을 투과할 때, 분리된 빛의 진행방향은 결정에 입사하는 빛과 결정축의 방향(각도)에 따라 달라진다. 그림 13과 같은 빙주석에서의 복굴절 현상은 빛이 결정축(c-axis)에 비스듬하게 입사하는 경우이다. 만약 빛이 결정축에 대해 수직인 방향으로 입사하면, 두 무리의 빛은 서로 수직으로 평면편광된 정상파와 비정상파로 분리되지만, 진행경로는 서로 분리되지 않는다. 따라서 정상파와 비정상파는 동일한 경로를 따라 결정을 투과하여 하나의 이미지만 관찰되지만, 두 빛은 서로 다른 굴절률을 보이므로 두 빛 사이에는 광로차(optical path difference)가 발생한다. 이와 같이 두개의 굴절률로 인해 빛의 광로차가 발생하거나 파동방향이 달라지는 등 빛의 물리적 분리현상을 **복굴절(double refraction 또는 birefringence) 현상**이라 한다.

빛이 비등방성 입자를 투과하며 정상파가 보이는 굴절률(n_o)과 비정상파가 보이는 굴절률(n_e)의 차이는 측정할 수 있는 값으로 이것을 **복굴절률(B)**이라 한다. 복굴절률은 아래 식과 같이 두 굴절률의 차의 절대값으로 표현된다.

$$\text{복굴절률(B)} = |n_e - n_o|$$

이와 같이 빛이 비등방성 입자를 투과하면 복굴절현상에 의해 빛은 두개의 다른 굴절률(n_o , n_e)을 보이며 투과속도가 달라지므로, 입자를 투과한 두 빛은 상대적으로 광로차가 발생하게 된다. 이때 두 빛의 광로차, **위상지체(retardation, R)**는 정상파

와 비정상과의 굴절률의 차이인 복굴절률(birefringence, B)과 빛이 입자를 투과하는 거리, 즉 입자의 두께(thickness, T)에 비례하므로 아래 식과 같이 표현된다.

$$R = T \times B$$

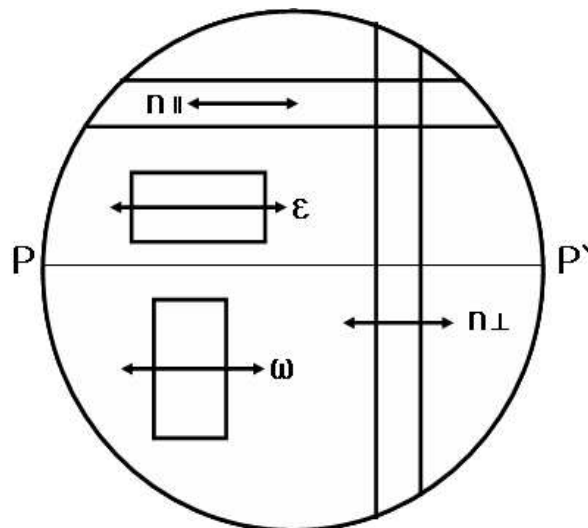
위식에서 보듯이, 어떤 입자의 두께(T)와 위상지체(R)를 알면 복굴절률(B)을 알 수 있다. 복굴절률은 항상 양의 값을 가지는 절대값이다. 이때 절대값을 취하지 않으면 두개의 굴절률 중 어느 굴절률이 더 큰지 여부에 따라 복굴절률은 양의 값 또는 음의 값을 갖게 되는데, 이것을 복굴절부호(sign of birefringence)라고 한다. 복굴절부호는 비등방성입자를 비정상파가 투과하며 가지는 굴절률(n_e)이 정상파가 보이는 굴절률(n_o) 보다 크면 양의 값(+)을, 그 반대의 경우를 음의 값(-)으로 본다. 석면과 같은 섬유상 입자에서는 섬유 길이방향의 굴절률($n_{\parallel}$)이 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)보다 크면 양의 값(+), 그 반대의 경우를 음의 값(-)으로 정의하고, 이것을 **신장부호(sign of elongation)**라고 한다.

IV. 석면분석을 위한 광학성질

편광현미경으로 석면을 정성분석하기 위해서는 입자의 형태와 비등방성 결정으로서 석면의 결정광학 특성을 편광현미경을 이용해 관찰해야 한다. 따라서 편광현미경으로 석면을 정성분석 시 관찰해야 하는 광학성질의 원리와 현상을 이해하고 관찰 방법을 숙지하는 것은 석면분석의 오류를 줄이는데 있어서 매우 중요하다.

편광현미경에서 입자를 관찰할 때 현미경의 세팅은 크게 단일편광과 교차편광 상태로 구분할 수 있다. **단일편광(one polar)**이란 편광현미경에서 검광자(analyser)를 삽입하지 않은 상태, 즉 두개의 편광필터 중 편광자(polarizer)만 삽입된 상태를 말한다. 편광현미경의 단일편광 상태에서는 빛의 흡수에 의한 입자의 형태(morphology)와 색상(color) 및 다색성(pleochroism)을 관찰할 수 있다. 또한 석면의 굴절률 측정을 위한 Becke선 검정(Becke line test)과 분산염색 색깔(dispersion staining color) 관찰도 단일편광 하에서 이루어진다.

편광현미경의 단일편광 하에서 석면과 같은 비등방성 입자는 입자의 결정축과 편광자의 편광 투과방향과의 각도에 따라, 편광자의 편광 투과축과 수평인 결정축의 굴절률과 그에 따른 광학특성(굴절률, 빛의 흡수 등)을 보인다. 그림 14에서 입자의



[그림 14] 단일편광 하에서 입자와 섬유의 결정축 방향에 따른 광학특성; 입자가 시야 상에 놓인 방향에 따라 편광자의 편광 투과축 방향(P-P')과 수평인 결정축의 특성(굴절률, 색상 등)이 관찰된다.

결정축 ω 가 편광자의 투과축($P-P'$)과 평행한 방향으로 놓이면 결정축 ω 와 같은 방향으로 진동하는 빛(편광)의 굴절률과 흡수 현상만이 관찰되며 결정축 ε 방향으로 편광된 빛의 특성은 관찰되지 않는다. 반대로 입자의 결정축 ε 가 편광자의 투과축($P-P'$)과 같은 방향으로 놓이면 결정축 ε 와 같은 방향으로 진동하는 빛의 굴절률과 흡수현상이 관찰되며 결정축 ω 방향으로 편광된 빛의 특성은 관찰되지 않는다. 따라서 석면과 같은 비등방성 입자를 편광현미경의 단일편광 하에서 재물대를 돌려서 시야 상에서 입자의 결정축의 방향을 회전시키며 관찰하면, 편광자의 투과축과 평행한 결정축의 굴절률과 관련된 빛의 흡수에 따른 변화를 관찰할 수 있다.

교차편광(crossed polar)이란 편광현미경에서 편광자와 또 다른 편광필터인 검광자(analyser)를 광로에 삽입하여 편광자와 검광자의 투과축 방향이 서로 직교하도록 배치된 상태를 말한다(그림 7 참조). 현미경 램프로부터 조명되는 백색광은 편광자를 지나면서 시야 상에서 동서방향으로 평면편광되어 표본을 조명한다. 평면편광된 빛은 현미경 재물대에 놓인 표본의 비등방성 입자를 투과하면서 복굴절현상을 보이므로, 빛은 정상파와 비정상파로 나뉘어 두 빛의 파동 방향은 서로 수직인 광학축 방향으로 평면편광되고, 서로 다른 굴절률을 보이며 입자를 투과하는 두 빛 사이에는 위상의 차이가 발생하게 된다. 이와 같이 결정을 투과하며 복굴절된 빛은 편광자와 투과축이 직교하는(교차편광 상태의) 검광자를 지나면서 검광자의 투과축과 평행한 방향으로 평면편광된 빛의 성분만이 투과된다. 만약 검광자의 투과축과 평행한 빛의 성분이 없는 경우에는 검광자를 투과하는 빛이 없으므로 시야에서 입자가 어둡게 보이는 소광현상(extinction)이 일어난다. 또한 정상파와 비정상파 사이에는 검광자를 투과하며 위상의 차이에 따른 간섭현상이 일어나, 교차편광에서는 비등방성 결정의 정상파와 비정상파 사이의 간섭현상에 따른 간섭색(interference color)을 관찰할 수 있다.

편광현미경을 이용하여 석면을 정성분석하기 위해서는 현미경 시야에서 검출되는 섬유 형태, 색깔/다색성, 굴절률, 소광특성, 신장부호를 관찰하여 알려진 석면의 광학성질과 비교함으로써 석면 종류를 확인한다.

1. 형태

형태 관찰은 석면 분석 시 관찰해야 하는 가장 중요한 석면의 특징 중 하나이다. 석면과 동일한 결정구조, 굴절률, 화학조성을 보이는 광물이라도 결정이 보이는 거시적인 형태인 결정습성(crystal habit)이 석면형태가 아니면 석면이 아니다. 따라서 석면의 정성분석 시에는 분석하고자 하는 입자의 전체적인 형태가 표 4와 같은 **석면형태(asbestiform)**를 보이는지 여부를 관찰해야 한다. 형태 관찰은 석면인지 여부의 판단뿐만 아니라 석면의 종류를 유추하는 데도 도움이 된다. 일반적으로 사문석인 백석면은 일반적으로 섬유가 굴곡이 많고 구불구불하며 마치 무릎 관절과 같은 굴곡진 형태적 특징을 보이지만, 각섬석 석면은 바늘과 같이 날카롭고 곧은 직선형이며 굴곡이 적은 특징을 보인다. 이런 형태적 특징 관찰을 통해 섬유가 백석면 또는 다른 각섬석계 석면인지 유추하고, 표본 제작에 사용할 적절한 굴절률의 굴절시약을 선택하는데 이용할 수 있다.

[표 4] 석면형태(asbestiform)의 정의¹

석면형태(asbestiform)

결정습성 등이 석면과 같은 형태의 광물을 칭하는 용어. 일부 석면형태 광물의 경우 긴 섬유상이거나 높은 인장강도 등 석면을 상업적으로 이용하게 되는 물성을 보이지 않을 수도 있음. 광학현미경으로 관찰 시 석면형태는 일반적으로 아래의 특성들로 구분할 수 있음.

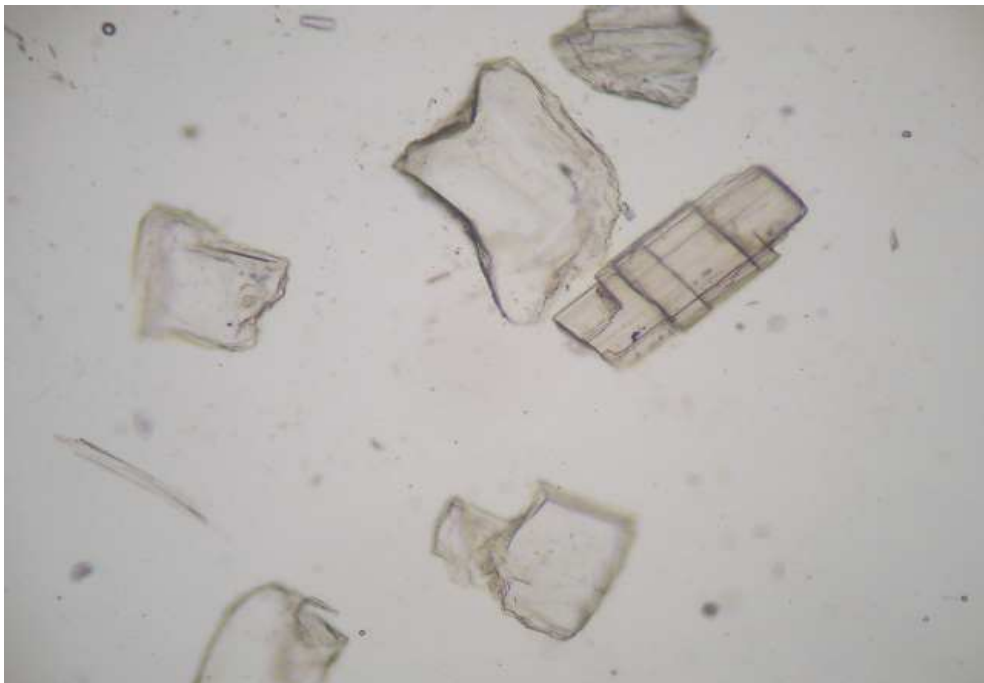
- 길이가 5 μm 보다 긴 섬유들에 대해 평균 길이 대 지름의 비(aspect ratio)가 20:1에서 100:1 또는 그 이상인 것. 길이 대 지름의 비는 개별 섬유에 대해서만 적용(섬유 다발에 대해서는 길이 대 지름의 비를 적용하지 않음)
- 일반적으로 지름 0.5 μm 이하의 매우 가는 개별섬유(fibril)이며 아래의 특징 중 두 가지 이상의 특징을 보이는 것
 - 섬유가 평행하게 모여 있는 섬유다발
 - 섬유다발로서 다발의 끝 부분이 각각의 섬유로 넓게 퍼진 모양
 - 헝클어진 개별 섬유들의 덩어리
 - 굴곡을 보이는 섬유

상기 특징들은 고형시료를 관찰 시 각각의 섬유가 아닌 표본에 분포된 섬유들(population of fibers)의 전체적인 특징을 의미함.

¹ US EPA, Method for the Determination of Asbestos in Bulk Building Materials, 1993



(a)석면형태의 트레모라이트



(b)비석면형태의 트레모라이트

[그림 15] 석면형태와 비석면형태의 트레모라이트($\ominus$, 1.68)

2. 색깔 - 다색성

광물은 육안이나 현미경을 이용해 일반 명시야 상태에서 관찰 시 고유의 색깔을 보이므로, 입자의 **색깔(color)**은 석면을 정성하는 하나의 특징이 된다. 특히 석면과 같은 비등방성 입자는 정상과와 비정상과의 빛을 흡수하는 현상의 차이에 의해서 편광현미경의 단일편광 하에서 입자의 결정축이 편광자의 편광 투과축에 대해 놓은 방향(각도)에 따라 하나의 입자에서 두 가지 색이 관찰될 수 있다. 이러한 성질을 **다색성(pleochroism)**이라 한다.

석면 중에서는 청석면 만이 뚜렷한 다색성을 보인다. 청석면은 현미경 시야 상에서 섬유가 길이 방향으로 놓인 방향이 편광자의 편광 투과축과 평행할 때(동서방향, $\parallel$) 청색, 수직(남북방향, $\perp$)일 때에는 짙은 회색의 색깔을 보인다. 갈석면, 안소필라이트석면 및 악티노라이트석면도 면밀히 관찰 시 약한 다색성을 보이기도 하지만 청석면과 같이 뚜렷하게 관찰되지는 않는다. 단, 석면이 고온에 의해 변성되면 색깔과 다색성이 달라질 수 있으므로 분석 시 주의해야 한다.

3. 굴절률

굴절률(refractive index, n)은 진공을 투과하는 빛의 진행속도($V_{\text{vac}} \approx 3 \times 10^{10}$ cm/s)에 대한 어떤 광학매질을 투과하는 빛의 진행속도(V_{sub})의 상대적인 비율이다. 석면분석 시 굴절률은 입자의 형태와 함께 확인해야하는 가장 중요한 광학성질이다. 편광현미경의 단일편광 하에서 석면과 같은 비등방성 섬유는 편광자의 편광 투과축과 수평인 결정축의 굴절률만을 보이므로 섬유가 놓인 방향에 따라 길이와 지름방향의 굴절률을 각각 측정하여 석면 동정에 이용할 수 있다. 다시 말해서, 섬유상 입자의 경우 그림 14과 같이 섬유의 길이방향을 편광자의 편광 투과축과 수평인 방향(동서방향)으로 놓고 관찰하면 섬유의 길이방향의 굴절률($n_{\parallel}$)을 측정할 수 있고, 편광자의 편광 투과축에 수직인 방향(남북방향)으로 놓고 관찰하면 섬유의 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)을 측정할 수 있다.

편광현미경에서 굴절률을 측정하는 방법으로는 강세(relief), Becke선 검정(Becke line test), 분산염색법(dispersion staining)을 이용할 수 있다. 이 중에서도 석면의 굴절률 확인을 위해서는 중앙 차단식 분산염색대물렌즈(central stop dispersion staining objective)를 이용해 분산염색 색깔을 확인하는 분산염색법을 이용한다.

3.1. 강세

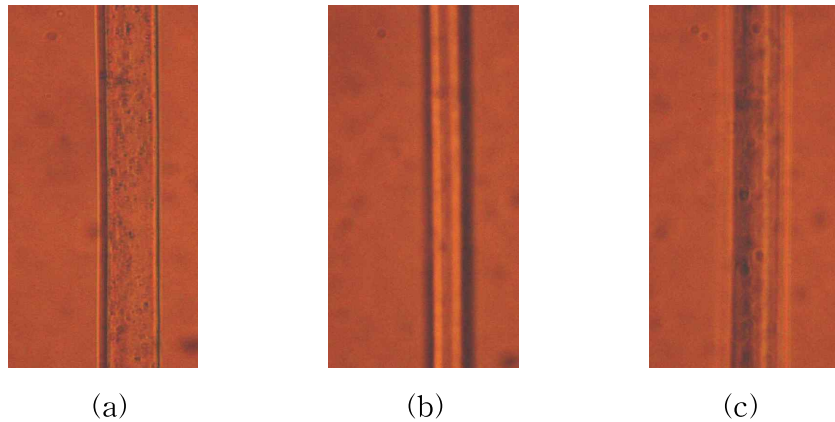
현미경 시야에서 배경으로부터 관찰하고자 하는 입자가 뚜렷하게 두드러져 보이는 정도, 즉 입자가 관찰되는 명암의 세기를 **강세(relief)**라고 한다. 강세는 입자와 굴절시약 사이의 굴절률의 차에 비례한다. 따라서 입자와 굴절시약 사이의 굴절률 차이가 클수록 입자는 높은 명암으로 뚜렷하게 관찰된다. 반대로 입자와 굴절시약 사이의 굴절률 차이가 거의 없거나 일치하면 명암이 낮아 입자의 관찰이 어렵다. 이와 같이 입자가 얼마나 뚜렷하게 보이는지 강세를 이용하면 입자와 굴절시약 사이에 굴절률의 차를 대략적으로 유추할 수 있다. 또한 석면과 같이 두 개 이상의 굴절률을 가진 섬유는 편광자의 편광 편광축에 대해 섬유가 놓인 방향에 따라 강세의 변화가 발생하므로 이를 이용하면 섬유가 두 개 이상의 굴절률을 가졌는지 여부를 판단할 수 있다.

3.2. Becke선 검정

강세를 통해서 입자와 굴절시약 사이에 굴절률의 차이가 대략 어느 정도인 지를 유추할 수는 있지만 입자와 굴절시약 중 무엇이 굴절률이 더 크거나 작은 지는 판단할 수 없다. 이때 **Becke선 검정(Becke line test)**을 사용하면 입자의 굴절률 측정을 위해서 입자와 입자를 둘러싼 굴절시약 중 무엇이 굴절률이 더 큰지 여부를 판단할 수 있다.

표본에서 입자의 굴절률이 굴절시약의 굴절률보다 큰 경우, 입자의 가장자리를 투과하는 빛은 굴절법칙에 의해 입자의 중심방향으로 굴절한다. 반대로 굴절시약의 굴절률이 입자보다 큰 경우, 입자의 가장자리를 투과하는 빛은 입자의 바깥방향으로 굴절한다. 따라서 편광현미경으로 입자를 관찰 시 초점이 입자에 잘 맞은 상태에서 초점면을 조금 올려 관찰하면 입자의 가장자리에서 굴절된 빛이 모인 띠가 입자의 안쪽 혹은 바깥쪽으로 이동하는 현상을 관찰할 수 있다. 이 빛의 띠를 **Becke선(Becke line)**이라 한다. Becke선 검정을 이용하면 이 띠가 이동하는 방향에 따라 입자와 굴절시약 사이에 굴절률의 상대적인 크기를 비교할 수 있다.

이때 빛의 굴절률은 파장에 따라 달라지므로, Becke선 검정을 통해 입자의 굴절률을 정확히 측정하기 위해서는 단일파장의 빛을 사용할 필요가 있다. 석면분석 시 사용하는 굴절시약에 표기된 굴절률은 Sodium D-line($\lambda=589.3 \text{ nm}$)에서의 굴절률이므로 동일 파장에서 Becke선 검정을 하기위해 현미경 베이스의 광로 상에 오렌지 필터를 이용하면 보다 Becke선 관찰이 쉽다.



[그림 16] 오렌지필터를 이용한 Becke선 검정; (a)초점이 맞은 상태, (b)초점면을 올렸을 때 입자의 굴절률이 굴절시약의 굴절률 보다 큰 경우, (c)초점면을 올렸을 때 입자의 굴절률이 굴절시약의 굴절률 보다 작은 경우

Becke선 검정은 입자와 굴절시약 사이의 굴절률을 비교하여 입자의 굴절률을 판단하므로 매우 좁은 범위의 일련의 굴절률을 가지는 굴절시약 세트를 구비하여야 정밀한 굴절률 측정이 가능하다. 다음은 Becke선 검정의 일반적인 방법으로 단일편광 상태에서 수행한다.

- 1) 현미경의 베이스 위에 오렌지필터를 놓는다.
- 2) 개구조리개(aperture diaphragm)를 최대한 좁힌다.
※ 개구조리개를 좁힐수록 높은 명암비를 얻을 수 있어 Becke선 관찰이 용이하다.
- 3) 재물대에 표본을 올려놓고 적절한 배율의 대물렌즈를 광로에 삽입한다.
- 4) 섬유를 관찰하고자 하는 방향(섬유의 길이방향 또는 지름방향)이 편광자의 편광 투과축과 같은 방향(현미경 시야 상의 동서방향)이 되도록 재물대를 회전시킨 후 초점을 잘 맞춘다.
- 5) 미세초점조절나사를 조절하여 초점면을 살짝 올리면서 Becke선(밝은 빛의 띠)의 이동방향을 관찰한다. 섬유와 굴절시약 중 굴절률이 큰 쪽을 판단한다.
Becke선은 초점면을 올렸을 때 굴절률이 큰 방향으로 생성된다.
※ 초점면을 올린다는 의미는 재물대가 낮아지는 방향(재물대와 대물렌즈 사이의 거리가 멀어지는 방향)을 의미한다.
※ 시야의 밝기를 조금 어둡게 하고, 높은 배율로 보는 것이 관찰에 도움이 된다.

3.3. 분산염색법

분산염색(dispersion staining)이란 대물렌즈의 후방초점면에 빛을 차단하는 부위인 ‘스탑(stop)’을 배치하여 빛이 입자를 투과 시 발생하는 분산현상(dispersion)에 의한 발색을 극대화하여 색깔을 관찰하는 광학기술로, 입자의 굴절률을 확인하는데 이용된다.

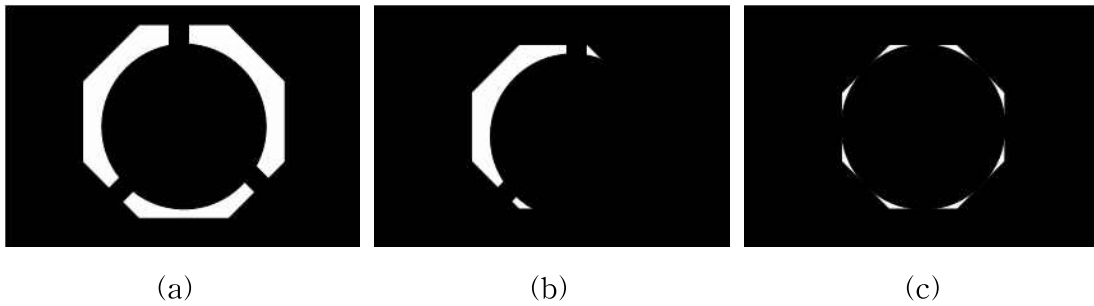
분산염색법은 입자와 굴절시약 간의 빛의 파장에 따른 굴절률의 차이를 이용하므로 뚜렷한 분산염색 색깔을 관찰하기 위해서는 가시광선 영역 내의 한 지점에서 입자와 굴절시약의 굴절률이 교차하되 파장에 따른 두 굴절률의 차이는 커야 한다. 그러기 위해 분산염색 색깔 관찰 시에는 Sodium D-line($\lambda \approx 589.3 \text{ nm}$)에서 입자와 비슷한 굴절률(n_D)을 가지되 파장에 따른 굴절률의 변화가 큰 **고분산 굴절시약(high dispersion refractive index liquid)**을 사용한다. 석면의 정성분석 목적으로 백석면은 1.55 HD, 갈석면과 청석면은 1.68, 안소필라이트와 트레모라이트 및 악티노라이트는 1.605 HD의 굴절시약이 일반적으로 사용된다. 그러나 이 외에도 굴절시약의 선택은 분석자의 판단과 필요에 따라 적절한 굴절률의 굴절시약을 사용할 수 있다.

분산염색 색깔을 관찰하기 위해서는 고분산 굴절시약을 이용해서 만든 표본을 현미경의 **중앙 차단식 분산염색대물렌즈(central stop dispersion staining objective)**를 이용해서 관찰한다. 이때 현미경 시야 상에서 관찰되는 색깔은 입자와 굴절시약의 굴절률이 일치되는 파장의 색깔의 보색이다. 이와 같이 입자와 굴절시약의 굴절률이 일치하는 파장을 **조화파장(matching wavelength, λ_0)**이라 한다. 편광현미경의 단일편광 하에서는 입자가 놓인 방향에 따라 편광자의 편광 투과축과 평행한 방향의 굴절률만이 관찰된다. 분산염색 색깔은 편광현미경의 단일편광 하에서 관찰하므로, 섬유가 놓인 방향에 따라 섬유 길이방향과 지름방향 굴절률에 따른 분산염색 색깔을 각각 관찰할 수 있다. 분산염색법은 사용한 굴절시약의 굴절률과 조화파장, 분석 시 굴절시약의 온도를 알면 입자의 굴절률을 쉽고 빠르게 확인할 수 있는 매우 편리한 굴절률 측정방법이다(붙임 자료 참조).

다음은 일반적인 분산염색 색깔의 관찰방법으로 편광현미경의 단일편광 상태에서 실시한다.

- 1) 현미경 재물대에 적절한 굴절시약으로 고정된 표본을 올려놓고 분산염색대물렌즈를 광로에 삽입한 후 초점을 맞춘다.
- 2) 버트랜드렌즈(Bertrand lens)를 광로에 삽입한 후 초점을 맞춘다.

※ 버트랜드렌즈의 초점은 버트랜드 초점조절나사를 이용해 별도로 조절한다.



[그림 17] 분산염색대물렌즈 스탑의 중심 및 개구조리개의 개구부 크기 조절; (a)개구조리개가 너무 크게 열려 있는 경우, (b)스탑과 개구조리개의 중심이 맞지 않는 경우, (c) 스탑과 중심이 잘 맞고 개구조리개가 적절히 개방된 경우

- 3) 개구조리개(aperture diaphragm)의 개구부를 조절하여 그림 17과 같이 분산염색대물렌즈 스탑(검은색 원)의 이미지와 개구조리개 개구부(팔각형)의 중심이 잘 맞고 개구부의 크기가 스탑과 겹치도록 조절한다.

※ 분산염색대물렌즈에 스탑을 조절할 나사구멍이 없는 경우 미리 중심이 맞춰 시판되는 렌즈이므로 Köhler 조명이 잘 맞춰져 있으면 별도로 조절할 필요가 없다.

- 4) 집광기(substage condenser)의 집광렌즈(condenser lens)와 버트랜드렌즈를 광로에서 제거한다.

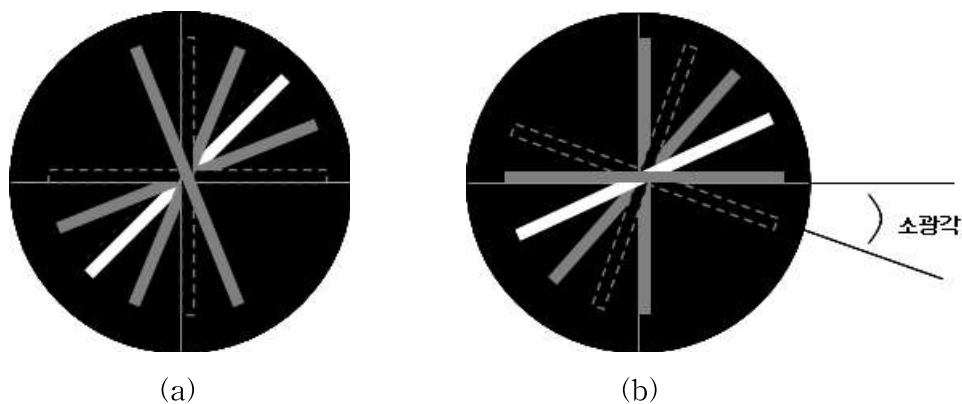
- 5) 섬유가 놓인 방향에 따라 분산염색 색깔을 관찰한다.

※ 조명을 최대한 밝게 해서 관찰한다.

4. 소광

교차편광에서 석면과 같은 비등방성 결정은 결정축의 방향에 따라 점차 밝아졌다가 어두워지는 현상을 보인다. 교차편광에서 결정의 결정축 방향이 편광자의 편광 투과축 방향과 일치하면 편광자로부터 표본을 조명하는 편광의 방향(빛의 진동방향)이 결정을 투과하며 바뀌지 않으므로 빛은 검광자를 통과할 수 없게 된다. 따라서 관찰하는 입자의 결정축 방향이 편광자의 편광 투과축 방향과 일치할 때 결정은 어둡게 관찰된다. 반면에 입자의 결정축 방향이 편광자의 편광 투과축 방향과 약 45° 일 때 입자의 밝기는 최대가 된다. 이와 같이 결정의 결정축이 놓인 방향에 따라 편광현미경의 교차편광 하에서 재물대를 360° 회전시킴에 따라 매 90° 마다 한 번씩 시야에서 어둡게 사라지는 현상을 **소광(extinction)**이라 한다.

소광현상은 그 특징에 따라 몇 가지로 구분할 수 있다. 재물대를 회전시킴에 따라 입자가 일정 각도에서 완전히 어둡게 소광되어 시야에서 사라지는 경우를 **완전소광(complete extinction)**이라 하고, 입자의 일부만 소광되는 경우를 **불완전소광(incomplete extinction)**이라 한다. 완전소광을 하는 섬유 중 섬유의 길이방향과 결정축의 방향이 일치하는 섬유는 섬유의 길이방향과 편광자와 검광자의 편광 투과축 방향이 서로 평행할 때 소광현상이 일어나므로 이를 **평행소광(parallel extinction)**이라 한다. 반면에 섬유의 길이방향과 결정축의 방향이 일정 각도로 어긋나 있으면 섬유의 길이방향이 편광자와 검광자의 편광 투과축 방향이 일정한 각도를 이룰 때 소광현상이 일어나므로 이를 **사각소광(oblique extinction)**이라 한다. 이때 그림 18과 같이 섬유가 완전히 소광될 때 섬유의 길이방향이 편광자 또는 검광자의 편광 투과축과 이루는 각도(작은 쪽의 각도)를 **소광각(extinction angle)**이라 한다.



[그림 18] 평행소광과 사각소광; (a)평행소광, (b)사각소광

모든 석면은 완전소광 하며, 종류에 따라 평행소광 또는 사각소광 현상을 보인다. 다음은 일반적인 소광현상의 관찰 및 소광각 측정방법으로 편광현미경의 교차편광 상태에서 실시한다. 소광각의 측정 전에는 먼저 대안렌즈의 십자선과 편광자와 검광자의 편광 투과축 방향을 일치시켜야 정확한 소광각 측정이 가능하다.

- 1) 현미경 재물대에 안소필라이트가 고정된 표본을 올려놓거나 방향판(orientation plate)이 있는 경우 방향판을 올려놓고 검광자를 삽입하여 현미경을 교차편광 상태로 조작한다.

※ 방향판이 없는 경우 안소필라이트석면이나 나일론 섬유와 같이 평행소광하는 특성을 가지는 골은 섬유를 대안렌즈 십자선의 방향 교정에 사용할 수 있다.

- 2) 그림 19의 (c)와 같이 편광자와 검광자의 투과축이 서로 직교하고 대안렌즈의 십자선과 표본이 소광하는 방향이 서로 평행하도록 조절한다.

- 3) 현미경 재물대에 관찰하고자 하는 표본을 올리고 적절한 배율의 대물렌즈로 초점을 맞춘다.

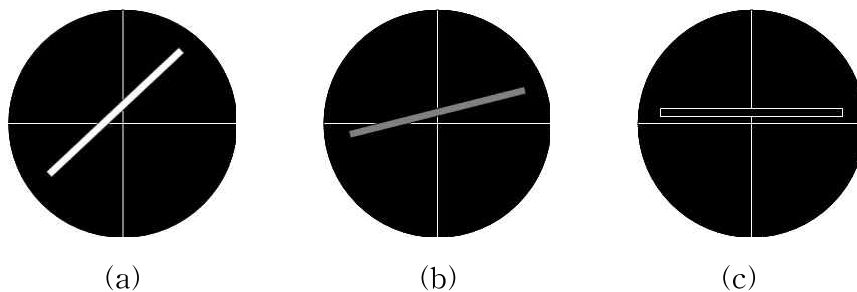
- 4) 재물대를 회전시키며 표본의 소광현상을 관찰한다.

※ 먼저 완전소광/불완전소광 여부를 확인하고, 완전소광일 경우 대안렌즈의 십자선과 평행할 때 소광하는 평행소광인지 사각소광인지 여부를 확인한다.

- 5) 만약 완전소광이며 사각소광을 보이면 소광각을 측정해야 한다. 관찰하고자 하는 섬유를 십자선과 수평이 되도록 한 후 재물대 가장자리의 눈금과 버니어의 원점이 일치하는 값을 읽는다.

- 6) 관찰하고자 하는 섬유가 소광되는 위치까지 재물대를 회전시키고 재물대 가장자리의 눈금과 버니어의 원점이 일치하는 값을 읽는다.(이때 십자선으로부터 소광현상이 일어나는 가까운 방향으로 회전시킨다)

- 7) 소광각은 5)와 6)에서 읽은 값의 차이다.(양의 값)



[그림 19] 방향판 또는 안소필라이트를 이용한 편광필터의 투과축과 대안렌즈 십자선의 수평 정렬

5. 복굴절률

복굴절률(birefringence)이란 입자가 두개 이상의 굴절률을 보일 때 가장 큰 굴절률과 가장 작은 굴절률의 차이이다. 석면과 같은 섬유의 복굴절률은 섬유 길이방향의 굴절률($n_{\parallel}$)과 섬유 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)의 차로 나타낼 수 있다.

$$\text{복굴절률}(B) = |n_{\parallel} - n_{\perp}|$$

복굴절률의 측정은 분산염색법 등 굴절률 측정법을 이용해서 섬유의 길이방향과 지름방향의 굴절률을 직접 측정해서 위 식과 같이 둘의 차를 계산하거나, 섬유의 지름과 교차편광 상태에서 섬유가 보이는 간섭색을 관찰해서 가늠할 수 있다.

교차편광 하에서 비등방성 결정을 투과한 정상파와 비정상파는 서로 수직인 방향으로 평면편광되어 있으며, 서로 다른 굴절률을 거치므로 두 빛 사이에는 위상의 차이가 발생한다. 이렇게 위상의 차이가 발생한 두 빛은 검광자를 지나면서 검광자의 편광 투과축과 수평인 방향으로 진동하는 빛의 성분만이 투과되며 두 빛은 위상의 차이에 따른 **간섭현상(interference)**을 일으킨다. 따라서 정상파와 비정상파의 위상의 차이는 두 빛의 간섭현상에 의한 간섭색을 관찰함으로써 판단할 수 있다. 위상의 차이(R)는 두 빛의 굴절률의 차이인 복굴절률(B)과 빛이 투과한 거리, 즉 결정의 두께(T)에 비례하므로 다음 식과 같이 표현할 수 있다.

$$R = T \times B$$

비등방성 결정을 편광현미경의 교차편광 하에서 관찰하면 위상의 차이(R)를 간섭현상에 의한 색을 통해 알 수 있으므로, 입자의 두께(T)를 측정하면 위 식을 이용해 복굴절률(B)을 알 수 있다.

이와 같이 편광현미경에서 비등방성 결정의 간섭현상에 의한 간섭색 관찰을 이용하여 위상의 차이(R)를 정량적으로 평가할 때에는 Michel-Levy 복굴절차트(Michel-Levy birefringence chart)를 활용하면 편리하다. Michel-Levy 복굴절차트는 광로차, 입자의 두께, 복굴절률 사이의 관계를 나타낸 표로서, 차트의 하단부는 좌에서 우측으로 광로차(R)의 파장과 이에 해당하는 간섭색이 나열되어 있다. 550 nm 마다 구간을 구분하여 1차(first order), 2차(second order)의 순으로 구분한다. 차트의 좌측 세로축에는 입자의 두께(T)가 나열되어 있으며, 차트 상단과 우측 세로축에는 해당하는 복굴절률(B)이 대각선을 따라 나열되어 있다. 따라서 관찰하고자 하는 결정의 간섭색과 두께를 측정한 후, Michel-Levy 복굴절차트를 이용해 가로축

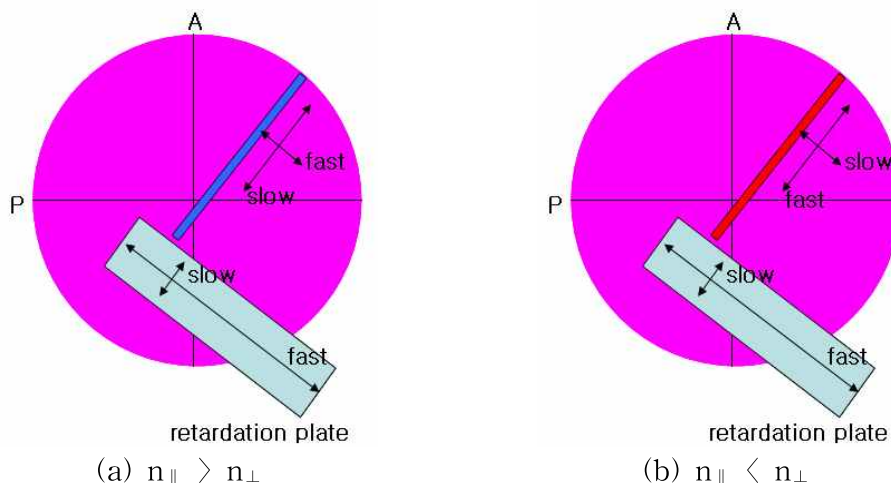
의 간섭색과 좌측 세로축의 입자의 두께가 일치하는 지점에서 만나는 대각선을 따라가면 입자의 복굴절률을 쉽게 확인할 수 있다. 석면분석 시 복굴절률은 일반적으로 크게 세 구간으로 나누어 판단한다. 복굴절률 0~0.01 사이의 구간을 낮음(low), 0.01~0.05 사이의 구간을 보통(moderate), 0.05 이상을 높음(high)으로 구분하고 관찰하고자 하는 입자의 복굴절이 어느 구간에 해당하는지 판단한다. 다음은 일반적인 복굴절률 측정 과정이다.

- 1) 단일편광 상태에서 현미경에 표본을 올려놓고 대안렌즈 스케일을 이용하여 관찰하고자 하는 입자(섬유)의 두께를 측정한다.
 ※ 관찰 배율에 따라 미리 보정한 대안렌즈의 스케일을 이용한다.
- 2) 현미경에 검광자를 삽입하여 교차편광 상태로 한 후, 1)에서 길이를 측정한 입자(섬유)가 가장 밝게 보이는 방향(약 45° 방향)이 되도록 채물대를 돌려 회전시킨다. 이때 간섭색을 관찰한다.
- 3) Michel-Levy 복굴절 차트에서 2)에서 관찰한 간섭색과 1)에서 측정한 입자(섬유)의 두께가 서로 만나는 지점에서 대각선을 따라 이동하여 해당되는 입자(섬유)의 복굴절률을 찾는다. 복굴절률이 낮음, 보통, 높음 영역 중 어느 영역에 해당하는지 확인하여 기록한다.

6. 신장부호

복굴절률은 항상 양의 값을 가지는 절대값이지만, 비등방성 입자가 갖는 굴절률 중 어느 굴절률이 더 큰지 여부에 따라 양의 값 또는 음의 값을 정의하여 복굴절 부호(sign of birefringence)라 한다. 석면과 같은 섬유에서는 섬유 길이방향의 굴절률($n_{\parallel}$)이 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)보다 큰 경우를 양의 값(+)으로, 반대의 경우를 음의 값(-)으로 정의하고 이를 **신장 부호(sign of elongation)**라 한다. 이때 굴절률이 큰 방향을 빛의 투과속도가 느리므로 느린 방향(slow direction), 굴절률이 작은 방향을 빛의 투과속도가 빠르므로 빠른 방향(fast direction)이라 한다.

비등방성 입자의 신장부호는 편광현미경의 교차편광 하에서 비등방성 입자 위에 또 하나의 비등방성 입자를 통해 빛을 투과시켜 위상의 차이가 더해지는지 또는 감해지는지 여부를 통해 관찰한다. 이와 같이 신장부호의 관찰을 위해 사용하는 또 하나의 비등방성 입자 역할을 하는 편광현미경의 광학부품을 **위상판(retardation plate)**이라 한다. 편광현미경에는 다양한 용도의 위상판이 사용되고 있지만 석면 분석 시에는 이 중 가장 보편적인 1차 위상판(first order retardation plate)을 사용한다. 1차 위상판은 매우 다양한 이름(full wave retardation plate, lambda plate, gypsum plate, red plate, tint plate 등)으로 불리는데, 정상파와 비정상파에 방향에 따라 약 530 nm의 위상을 더하거나 감하는 역할을 한다. 위상판은 현미경 시야의 남동방향에서 북서방향으로 삽입되는데, 이때 굴절률이 큰 방향(느린 방향)을 γ 또는 Z' 으로 표기한다. 현미경 시야의 북동방향에서 남서방향($\diagdown$)이 굴절률이 큰 방향(느린 방향)으로 설정되어 있다.



[그림 20] 비등방성 섬유의 신장부호; (a)신장부호가 (+)인 섬유. 위상판과 섬유의 느린 방향이 서로 평행이다., (b)신장부호가 (-)인 섬유. 위상판과 섬유의 느린 방향이 서로 직교한다.

만약 석면과 같은 섬유의 길이방향을 북동에서 남서방향(／)으로 놓고 위상판을 삽입했을 때, 위상판 삽입 전의 간섭색에서 광로차가 530 nm 만큼 더해져 이에 해당하는 간섭색으로 섬유의 색깔이 바뀌면 길이방향이 느린 방향이므로(길이방향의 굴절률이 지름방향의 굴절률 보다 크므로) 해당 결정의 신장부호는 (+)이다. 반면에 위상판 삽입 전의 간섭색에서 광로차가 530 nm 만큼 감해져 이에 해당하는 간섭색으로 바뀌면 길이방향이 빠른 방향이므로(길이방향의 굴절률이 지름방향의 굴절률 보다 작으므로) 해당 결정의 신장부호는 (-)이다.

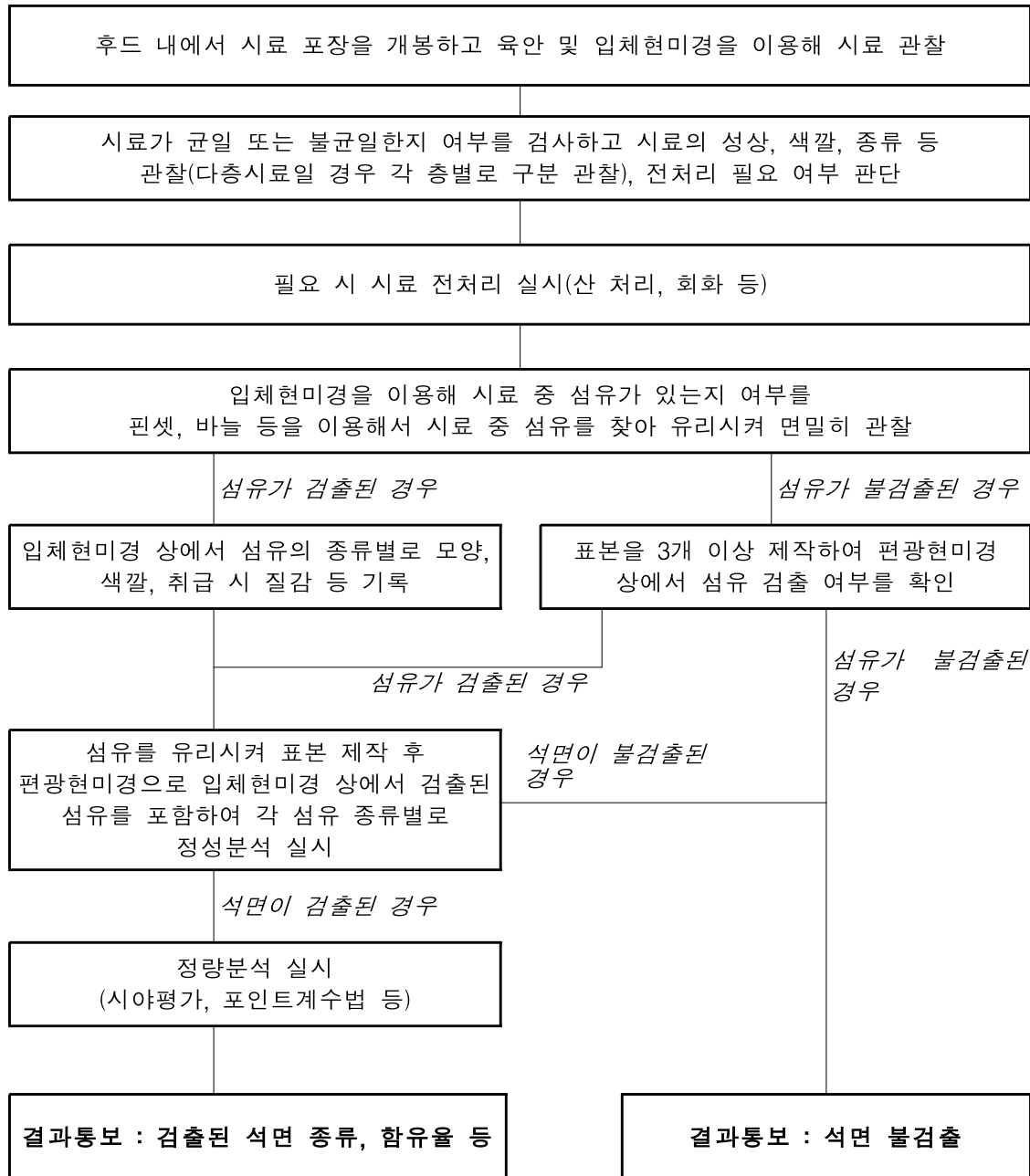
다음은 일반적인 신장부호 측정 과정이다. 신장부호의 측정은 편광현미경의 교차편광 상태에서 위상판 삽입 전후의 간섭색을 확인하여 측정한다.

- 1) 교차편광 상태에서 현미경에 표본을 올려놓고 관찰하고자 하는 섬유의 방향이 현미경 시야 상에서 북동에서 남서 방향(／)을 향하도록 재물대를 회전시킨다.
- 2) 초점을 맞추고 간섭색을 관찰한다. Michel-Levy 복굴절 차트에서 관찰된 간섭색에 해당하는 광로차(R)를 읽는다.
- 3) 위상판을 삽입하고 간섭색을 관찰한다. Michel-Levy 복굴절 차트에서 관찰된 간섭색에 해당하는 광로차(R')를 읽는다.
- 4) 신장부호를 판별한다. $R' = R + 530 \text{ nm}$ 이면 섬유의 신장부호는 (+), 반대로 $R' = |R - 530 \text{ nm}|$ 이면 섬유의 신장부호는 (-) 이다.

V. 고형시료 중 석면 분석법

1. 분석법의 개요

편광현미경을 이용한 고형시료 중 석면분석법은 시료 중 석면형태 입자의 굴절률을 확인함으로써 석면 여부를 분석하는 방법으로, 지붕재, 벽재, 단열재 등 대부분의 건축자재와 석면함유제품의 석면 함유여부 및 함유된 석면의 종류를 비교적 짧은 시간과 저렴한 비용으로 충분한 신뢰성을 가지고 분석할 수 있다. 분석결과는 함유율(%)로 표현된다. 만약 편광현미경만으로 석면함유 여부 확인이 충분하지 않거나, 시료 중 석면 함유율에 대한 보다 정확한 정보가 필요한 경우에는 엑스선회절분석기(XRD) 또는 에너지분산엑스선분석기가 장착된 투과전자현미경(TEM-EDX)을 이용한 추가분석을 실시할 수 있다. 이때 추가분석 방법은 미국환경청(EPA)의 공정시험법(EPA/600/R-93/116) 또는 이와 같은 수준이상의 분석법을 따른다.



[그림 21] 고품시료 중 석면분석의 전체 흐름도

2. 적용범위 및 제한점

편광현미경을 이용한 고형시료 중 석면분석법은 비교적 빠르고 저렴한 비용으로 시료 중 석면이 함유되었는지 여부와 함유된 석면의 종류 및 함유율을 분석할 수 있어, 국내 법규상 건축물 중 석면해체·제거작업과 관련된 석면함유물질을 구분하기 위한 목적에 실용적으로 적용 가능하다. 다만 편광현미경을 이용한 정량적 분석 결과는 대부분의 경우 엄밀한 의미의 중량비율은 아니다¹⁾. 또한 정량분석 결과는 정확도 및 정밀도가 낮은 사실상의 가정량 결과로 다른 일반적인 화학물질의 분석법과 같이 높은 정확도와 정밀도를 보이지 않는다는 점에 유의해야한다. 편광현미경을 이용한 석면분석법은 입자의 여러 가지 광학특성을 관찰해야 하므로 시료로부터 제작한 표본에 석면 섬유 수가 몇 개 이하로 매우 적으면 정확한 정성분석이 어려울 수 있다. 특히 편광현미경은 광학현미경의 일종으로 전자현미경에 비해 낮은 확대배율과 분해능을 가지므로 매우 가는 석면섬유를 함유할 수 있는 페인트, 바닥 타일, 표면 퇴적먼지와 같은 시료에서는 석면이 있음에도 검출하지 못하는 음성오류를 일으킬 수 있다. 이런 경우에는 필요에 따라 분석전자현미경을 이용해 추가로 분석할 수 있다. 공기나 수질 중에 함유된 석면도 매우 작고 가늘어 분석 시 음성오류를 일으킬 가능성이 높으므로 편광현미경법을 동 분석목적에는 적용하지 않는 것이 바람직하다.

1) 적절한 전처리를 통해 시료 중 석면 이외의 물질이 모두 제거 가능한 경우 중량분석법을 통해 엄밀한 의미의 중량비율을 분석할 수 있으나, 대부분의 현장 시료가 이의 적용이 불가능하다.

3. 기구 및 시약

3.1. 기구

- 1) 편광현미경 (다음의 기능을 갖추거나 동등수준 이상의 것)
 - 조명방식 : 투과조명, Köhler 조명 방식, 램프 필라멘트 50W 이상(권장)
 - 집광기 : 탐렌즈(집광렌즈)를 필요에 따라 광학경로에서 제거 가능한 형태
 - 재물대 : 가장자리에 눈금과 버니어가 있으며, 360° 회전 가능한 것
 - 대물렌즈 : 10배, 20배, 40배 편광대물렌즈, 10배 중앙차단식 분산염색 대물렌즈
 - 대물렌즈장착대 : 4개 이상의 대물렌즈 장착이 가능하며 대물렌즈 중심조절이 가능한 것
 - 대안렌즈 : 쌍안형 이상, 10배 또는 이상의 배율, 한쪽 렌즈에 십자선 또는 눈금자가 인쇄된 레티클이 삽입된 것
 - 위상판 : 광로차 $\lambda \approx 530$ nm인 것
 - 기타 : 편광자, 검광자, 버트랜드렌즈(권장)
- 2) 입체현미경 : 쌍안형, 10~40배
- 3) 흡후드 : HEPA필터가 장착된 것
- 4) 진공청소기 : HEPA필터가 장착된 것
- 5) 저울 : 측정단위 10^{-4} g 이상
- 6) 전기로 : 600℃ 이상 작동 가능한 것
- 7) 도가니 : 용량 10~20 ml 이상, 유약 칠해진 자기 재질로 뚜껑이 있는 것
- 8) 진공여과추출장치 (편넬, 진공펌프 등)
- 9) PC 또는 MCE 여과지 : 기공 크기 $0.8 \mu\text{m}$ 이하(PC 여과지는 $0.4 \mu\text{m}$ 이하)
- 10) 막자/막자사발 : 마노석 재질
- 11) 슬라이드글라스
- 12) 커버슬립
- 13) 시료 전처리 도구 : 정밀핀셋, 소형가위, 송곳, 바늘 등
- 14) 온도계
- 15) 오렌지필터

- 16) 스테이지 마이크로미터 : $0.01 \text{ mm/눈금} \times 100 \text{ 눈금}$
- 17) 분산염색 색상 차트(dispersion staining color chart)
- 18) Michel-Levy 복굴절 차트

3.2. 시약

- 1) 굴절시약 : 1.55 HD, 1.68, 1.605 HD 및 기타 굴절시약
- 2) 정성분석용 석면 표준시료 : 여섯 가지 석면 또는 석면이 고정된 표본
- 3) 정량분석용 석면 표준시료 : 일정 석면 함유율의 표준시료
- 4) 굴절률 보정 표준(solid refractive index standards)
- 5) 25 % v/v 염산용액
- 6) 증류수

4. 표본제작

4.1. 육안검사

포장을 개봉한 시료는 현미경을 이용한 분석 전에 육안으로 먼저 관찰한다. 육안 검사를 실시하는 목적은 아래와 같다.

- 시료의 종류를 구분하고 시료의 성상, 색깔, 개괄적인 양 등 특성 관찰
- 시료가 균일한지 여부, 여러 층으로 구분되어 있는 시료인지 관찰하고 표본 제작 시 채취할 시료의 대표적인 부분을 결정
- 시료 중 육안으로 관찰되는 섬유가 있는지 여부 및 관찰된 섬유의 특징 기록
- 섬유를 둘러싸고 있는 결합재 및 충전재의 성상 확인과 전처리가 필요한지 여부를 결정하고, 필요 시 적절한 전처리 방법을 선정

시료의 균일성과 섬유 관찰을 위해서 입체현미경을 함께 이용하는 것도 도움이 된다. 시료가 불균일한 경우 표본 제작 시 시료 채취를 위한 몇 개의 지점을 각각 결정해야 하며, 시료가 여러 층으로 구분된 시료인 경우 각각의 층을 관찰하여 기록해야 한다. 시료 포장을 개봉 시에는 석면이 비산될 우려가 높으므로 반드시 HEPA필터 또는 동등 효율 이상의 공기정화장치가 장착된 후드 내에서 시료를 개봉하고 관찰한다. 비닐봉지나 지퍼백에 포장된 시료는 포장지의 중간을 누르면 포장지 안에서 석면 분진이 함유된 공기가 후드 바깥쪽으로 뿜어져 나올 수 있으므로, 반드시 포장용기의 주둥이가 후드 안쪽을 향하도록 하여 취급한다.

4.2. 입체현미경을 이용한 예비분석 및 표본제작

표본 제작 전에 시료를 입체현미경(stereomicroscope)을 이용해 관찰하고, 표본을 제작한다. 시료 관찰은 일반적으로 10배 내외에서 하되 미세한 섬유를 자세히 관찰하기 위해서는 보다 높은 배율을 사용한다. 입체현미경을 사용한 예비분석 및 표본 제작을 실시하는 목적은 다음과 같다.

- 시료 중 관찰되는 섬유가 있는지 판단하고, 섬유가 검출되면 각각의 모양, 색깔, 편셋으로 취급 시 특성 등을 통해 섬유의 종류를 각각 구분하여 기록

- 관찰된 섬유유 특징을 통해 섬유의 종류를 잠정적으로 가정성하고 각각의 함유율(부피비)을 가정량
- 표본을 확대관찰하며 제조함으로서, 시료 중 석면이 의심되는 섬유상 입자를 잘 유리시키고 입자가 균일하게 분포된 표본을 제작

석면 분석에 사용하는 입체현미경의 성능은 10~40배 정도의 배율로 투과조명 또는 반사조명이 가능한 것이면 충분하다. 입체현미경을 이용한 예비분석은 석면 분석을 위한 대부분의 시료에 적용 가능하지만 비닐바닥타일, 아스팔트 루핑, 가스켓 등 매우 작은 크기의 석면 섬유를 포함할 수 있는 일부 시료에 대해서는 사용이 제한적이다. 또한 입체현미경을 이용한 예비분석은 편광현미경을 이용한 석면 정성분석 이전의 예비 분석단계이며, 그 자체로서 석면의 정확한 동정법이 아님에 유의해야 한다. 입체현미경을 이용한 시료의 예비분석 및 표본 제작 시에는 시료로부터 석면 섬유가 비산될 수 있으므로 입체현미경은 반드시 HEPA필터 또는 동등 효율 이상의 공기정화장치가 장착된 후드 내에 설치하여 사용해야 한다.

[표 5] 입체현미경에서 관찰 시 석면 종류별 특징¹

종류	색상	질감	모양	인장력	유연성	탄성
백석면	무색-옅은 노란색	부드럽고 매우 가는 섬유 및 다발	유연함, 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙음	높음	높음	낮음
갈석면	무색-갈색	부드럽거나 거친 섬유 및 다발	곧고 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙지 않음	높음	높음	높음
청석면	짙은청색	부드럽거나 거친 섬유 및 다발	곧고 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙지 않음	높음	높음	높음
안소필라이트석면	무색-갈색	부드럽거나 거친 섬유 및 다발	곧고 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙지 않음	중간	높음	높음
트레모라이트석면	무색-갈색	부드럽거나 거친 섬유 및 다발	곧고 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙지 않음	낮음	높음	높음
악티노라이트석면	무색-연녹색	부드럽거나 거친 섬유 및 다발	곧고 굴절시약에 담그면 핀셋에 잘 달라붙지 않음	낮음	높음	높음

¹석면의 일반적인 특징으로 석면의 산지와 고형시료의 상태에 따라 다소 상이할 수 있음

5. 전처리

표본 제작 전에 필요에 따라 전처리를 실시한다. 적절한 전처리 과정을 통해 시료를 균일화 시키고, 시료 중 결합재와 석면과 광학특성이 유사한 섬유 및 석면 표면의 오염물질을 제거하여 분석의 정확도와 정밀도를 향상시킬 수 있다. 다양한 전처리 방법이 있으나 특히 건조, 분쇄, 열 회화, 산 처리가 가장 흔하게 실시된다. 만약 기존의 분석법에서 검증되지 않은 방법을 이용해 전처리할 경우에는 사용한 방법이 석면에 영향을 미치지 않음을 증명한 후 사용해야한다.

5.1. 건조

시료분석 전에는 반드시 시료의 건조상태를 확인해야한다. 시료가 수분에 젖어 있으면 정성분석 시 시료가 굴절용액에 충분히 잠기지 않으므로 분산염색 색깔 등 광학특성을 적절히 관찰할 수 없고, 정량분석 시 석면의 함유율을 과소평가할 수 있다. 따라서 시료가 수분에 젖어 있는 경우에는 시료를 가열램프 또는 오븐을 활용하거나 공기 중에서 자연 건조시킨 후 분석한다. 오븐을 이용할 경우 건조 온도가 약 60 ℃를 넘지 않도록 한다. 가열램프나 자연건조는 반드시 후드 내에서 작업한다. 때때로 시료가 건조한 것으로 보이나 상당한 양의 수분을 함유하고 있을 때도 있다. 이런 경우 시료를 건조시키면서 시간에 따라 시료의 무게가 감소하는지 확인하여 시료가 건조되었는지 여부를 확인할 수 있다.

5.2. 분쇄 및 혼합

분석결과의 정확도와 정밀도를 높이기 위해 필요에 따라 시료의 대표적인 부분을 채취하여 분쇄 및 혼합한다. 시료 전처리 시 시료를 분쇄 및 혼합하는 목적은 다음과 같다.

- 시료 중 결합재의 입자 크기를 줄여 표본 제작을 용이하게 하고, 짧은 시간 내에 산 처리 등 전처리를 완료할 수 있도록 함
- 결합재에 쌓여 있는 섬유를 유리시켜 석면 검출이 용이하도록 함
- 시료 조성을 균일화시켜 정량분석의 정확도와 정밀도를 향상시킴

시료의 분쇄에는 대리석 재질의 막자와 막자사발, 펜치나 플라이어, 분쇄기 등 필요에 따라 다양한 도구를 사용할 수 있다. 막자와 막자사발을 이용하여 분쇄 시 강한 힘으로 오래 분쇄하면 입자가 너무 작아져서 석면 검출이 어려우므로 적당한 힘으로 약 10~20초 이내로 짧은 시간동안 분쇄한다.

5.3. 회화

시료를 고온에서 회화(ashing)시키면 시료 중 셀룰로오스 및 합성 고분자물질 등 유기물 결합재를 쉽게 제거할 수 있으므로, 석면을 결합재로부터 유리시키거나 광학특성이 석면과 유사한 유기섬유를 제거하여 분석의 정확도를 높일 수 있다. 일반적인 시료 회화과정은 다음과 같다.

- 1) 사용할 도가니(뚜껑 포함)의 무게를 측정한다.
- 2) 적당량의 시료를 채취하여 미리 무게를 측정한 도가니에 담고 뚜껑을 덮은 후 무게를 측정한다.
 - ※ 적당량이란 회화에 너무 오랜 시간이 걸리지 않으면서 무게측정에 의한 오차를 고려할 때 분석결과와 정확도와 정밀도가 원하는 수준을 만족할 수 있는 양이다. 함유율 1%를 기준으로 평가하고자 할 때 일반적인 시료는 최소 100mg 이상, 500mg 이하 정도가 적당하다.
- 3) 도가니를 전기로에 넣고 회화시킨다¹⁾.
 - ※ 회화 온도는 최소 300℃ 이상 가열하되 500℃를 넘지 않도록 한다. 석면은 고온에 오래 노출될수록 광학특성이 변하므로, 회화 시간은 시료 중 유기물이 완전히 회화될 수 있는 최소한의 시간동안만 가열한다. 대부분의 시료는 약 450℃에서 6시간 정도 가열하면 충분하다.
- 4) 도가니를 전기로에서 꺼내 상온으로 냉각시킨 후 무게를 측정한다.
- 5) 회화 후 잔여물의 무게를 최초 시료 무게로 나누고 100을 곱해서 시료 중 회화되지 않은 잔여물의 함유율을 계산한다.
- 6) 회화 후 잔여물을 편광현미경으로 분석하거나, 필요 시 산 처리를 추가로 실시한다.
 - ※ 비닐바닥타일의 경우 반드시 산 처리를 추가로 실시한다.

1) 전기로 대신에 저온 플라즈마 회화기(low temperature plasma asher)를 사용하면 석면의 열 변성 없이 유기물을 제거할 수 있다.

5.4. 산 처리

시료를 강산용액으로 용해시키면 시료 중 석고, 탄산칼슘류, 규산칼슘류 광물 등 산 용해성 물질을 제거할 수 있으므로, 석면을 결합체로부터 유리시키거나 광학특성이 석면과 유사한 일부 무기섬유를 제거하여 분석의 정확도를 높일 수 있다. 또한 회화된 시료를 산 처리하면 회화 시 생성된 탄화물도 제거할 수 있다. 일반적인 산 처리 과정은 다음과 같다.

- 1) 시료를 담은 용기(뚜껑 포함)의 무게를 측정한다.
※ 용기는 산에 녹지 않는 재질의 도가니 또는 유리초자 등을 사용한다.
- 2) 적당량의 시료를 채취하여 미리 무게를 측정한 용기에 담고 뚜껑을 덮은 후 무게를 측정한다.
※ 적당량이란 산 처리에 너무 오랜 시간이 걸리지 않으면서 무게측정에 의한 오차를 고려할 때 분석결과의 정확도와 정밀도가 원하는 수준을 만족할 수 있는 양이다. 함유율 1%를 기준으로 평가하고자 할 때 일반적인 시료는 최소 100 mg 이상, 500 mg 이하 정도가 적당하다.
- 3) 시료가 담긴 용기에 25% 염산용액을 가한다.
※ 자석젓개로 용액을 저어주거나 초음파 또는 온도를 가하여 용해반응을 촉진시킬 수 있다. 시료에 소량의 염산용액을 2~3회 더 가한 후 기포가 발생되는지 여부를 관찰하여 반응의 종결을 확인한다. 너무 오랜 시간동안 방치하면 석면이 산에 용해될 수 있으므로 반응이 종결되는 즉시 다음 단계로 넘어간다.
- 4) 진공여과추출장치에 미리 무게를 측정한 여과지를 올린 후 산 처리된 시료를 여과시킨다.
※ 증류수로 산 처리된 시료가 담긴 용기를 수 회 이상 잘 씻어주고 여과지 위의 여과물을 씻어준다.
- 5) 여과지(여과물+여과지)를 꺼내 건조시킨다.
- 6) 건조된 여과지(여과물+여과지)의 무게를 측정하고 여과 전의 여과지 무게를 빼서 산 처리 후 여과물의 무게를 계산한다.
- 7) 산 처리 후 여과물의 무게를 최초 시료 무게로 나누고 100을 곱해서 시료 중 산에 녹지 않은 여과물의 함유율을 계산한다.
- 8) 여과물을 편광현미경으로 분석한다.

6. 정성분석

6.1. 석면

육안과 입체현미경을 이용한 예비분석에서 검출된 각각의 섬유 종류와 편광현미경 상에서 추가로 검출되는 섬유에 대해서 편광현미경을 이용해 정성분석을 실시한다. 정성분석 시에는 아래의 광학특성을 관찰하여 기록하고, 알려진 석면의 광학특성과 일치하는지 여부를 확인해서 석면인지 여부와 석면의 종류를 구분한다(표 6, 7 참조). 석면의 정성분석을 위해 관찰해야 하는 광학특성은 다음과 같다(세부 내용은 IV장 참조).

1) 형태(morphology)

입자의 형태, 특히 석면형태(asbestiform)인지 여부를 관찰한다. 석면형태란 결정습성 등이 석면과 같은 형태의 광물을 칭하는 용어이다.

2) 색깔(color)/다색성(pleochroism)

편광현미경의 단일편광 하에서 관찰 시 시야 상에서 보이는 입자의 색깔과 다색성이 있는지 여부를 관찰한다. 다색성이 있는 경우 섬유 길이방향(∥) 섬유 지름방향(⊥)의 색깔을 각각 구분 관찰한다.

3) 굴절률(refractive index)

중앙 차단식 분산염색대물렌즈를 이용해 분산염색 색깔을 확인하는 분산염색법을 이용한다. 섬유 길이방향(∥) 섬유 지름방향(⊥)의 색깔을 각각 관찰하고 색깔 또는 조화과장으로서 기록한다. 불임자료에 따라 분산염색 색깔을 굴절률로 환산한 경우, 석면섬유의 길이방향이 편광자의 편광축과 평행한 방향으로 놓였을 때 보이는 굴절률을 ‘섬유 길이방향 굴절률($n_{\parallel}$)’, 수직인 방향으로 놓였을 때 보이는 굴절률을 ‘섬유 지름방향 굴절률($n_{\perp}$)’로 표기한다.

4) 복굴절률(birefringence)

2개 이상의 굴절률을 보이는 비등방성 입자에서 가장 큰 굴절률과 가장 작은 굴절률의 차를 말한다. 알파벳 ‘B’로 표시한다. 석면과 같이 3개의 굴절률을 가지는 입자에서 복굴절률은 γ 와 α 의 차이이다. 복굴절률은 값으로 표현하거나 아래 4가지 분류 중 하나로 표현할 수 있다.

0 또는 등방성 : 없음

<0.01 : 낮음

0.01 ~ 0.05 : 보통
 >0.05 : 높음

5) 신장부호(sign of elongation)

비등방성 섬유의 높은 굴절률과 낮은 굴절률을 보이는 결정축의 방향을 의미한다. 높은 굴절률을 보이는 결정축이 섬유 길이 방향인 경우 '+', 반대의 경우 '-'로 정의된다.

6) 소광(extinction)

소광이란 편광현미경의 교차편광 하에서 관찰 시 비등방성입자가 시야 상에서 매 90° 회전 시 마다 어두워지는 현상을 말한다. 석면을 포함한 섬유는 편광자 또는 검광자의 편광축과 평행한 부분이 모두 검게 사라지는 '완전소광', 일부만 사라지는 '불완전소광'으로 구분된다. 비등방성 섬유가 완전소광을 보일 때 시야 상에서 섬유의 길이 방향과 편광자 또는 검광자의 편광축이 이루는 각도 차를 소광각이라 한다. 섬유의 길이 방향과 편광자 또는 검광자의 편광축이 평행할 때 소광되는 경우를 '평행소광'이라 하며 소광각은 0°이다. 섬유의 길이 방향과 편광자 또는 검광자의 편광축이 일정한 각도를 이룰 때 소광되는 경우를 '사각소광'이라 하며, 이 때 일정한 범위 내의 소광각을 측정할 수 있다. 석면섬유의 완전소광 여부와 소광각을 측정한다.

상기 광학특성 중 석면의 굴절률은 반드시 분산염색 색깔을 통해 확인하고, 강세와 Becke선 검정은 굴절률 판단의 보조수단으로 사용한다. 시료의 성상에 따라 석면섬유가 충전재나 결합재로부터 잘 유리되지 않거나, 섬유 표면이 오염되어 선명한 분산염색 색깔의 관찰이 어려울 수 있다. 이때에는 표본제작 전에 열 회화 또는 산 처리 등 적절한 전처리 방법의 사용을 고려해야 한다.

[표 6] 석면의 광학특성

석면	형태 및 색상 ¹	굴절률 ² α γ	복굴절률 ³	소광/ 소광각 ⁴	신장 부호 ⁵
백석면	웨이브 또는 구불구불한 섬유 및 섬유다발 길이 대 지름의 비 >10:1 무색-백색, 다색성 없음	1.493-1.546 1.517-1.557 1.532-1.549 1.545-1.556 1.529-1.559 1.537-1.567 1.544-1.553 1.552-1.561	0.004 - 0.017	완전소광 0°	+
갈석면	곧은 직선형, 약한 커브형태의 섬유 및 섬유다발 길이 대 지름의 비 >10:1 무색-갈색, 다색성 없거나 매우 약함	1.657-1.663 1.699-1.717 1.663-1.686 1.696-1.729 1.663-1.686 1.696-1.729 1.676-1.683 1.697-1.704	0.021 - 0.054	완전소광 0°	+
청석면	곧은 직선형, 약한 커브형태의 섬유 및 섬유다발, 두꺼운 섬유와 다발이 혼합 길이 대 지름의 비 >10:1 다색성 편광자에 수평방향 짙은 청색, 수직방향 회색	1.693 1.697 1.654-1.701 1.668-1.717 1.680-1.698 1.685-1.706	0.003 - 0.022	완전소광 0°	-
안소필라이트석면	곧은 직선형, 약한 커브형태의 섬유 및 섬유다발 길이 대 지름의 비 >10:1, 10:1 이하의 벽개조각(cleavage fragment)도 관찰됨 무색-연갈색, 다색성 없거나 약함	1.598-1.652 1.623-1.676 1.596-1.694 1.615-1.722 1.598-1.674 1.615-1.697	0.013 - 0.028	완전소광 0°	+
트레모라이트석면	곧은 직선형, 약한 커브형태의 섬유 및 섬유다발 길이 대 지름의 비 >10:1. 10:1 이하의 벽개조각도 관찰됨 무색-연녹색, 다색성 없거나 철 함유에 따라 약하게 나타남	1.600-1.628 1.625-1.655 1.604-1.612 1.627-1.635 1.599-1.612 1.625-1.637	0.017 - 0.028	완전소광 0°-21° (잘 발달된 섬유 및 섬유다발은 0°)	+
악티노라이트석면		1.600-1.628 1.625-1.655 1.612-1.668 1.635-1.688 1.613-1.628 1.638-1.655	0.017 - 0.028		+

¹편광현미경으로 관찰 시 특징 및 색상임.²출처: Kerr, Paul F., Optical Mineralogy, 4th Edition, 1977

Deer, W.A., R. A. Howie, and J. Zussman, An Introduction to the Rock Forming minerals, 1966

Heinrich, E. W., Microscopic Identification of Minerals, 1965

Reports of Analysis, SRM 1866 and 1867, National Institute of Standards & Technology.

(US EPA Test Method EPA/600/R-93/116에서 재인용)

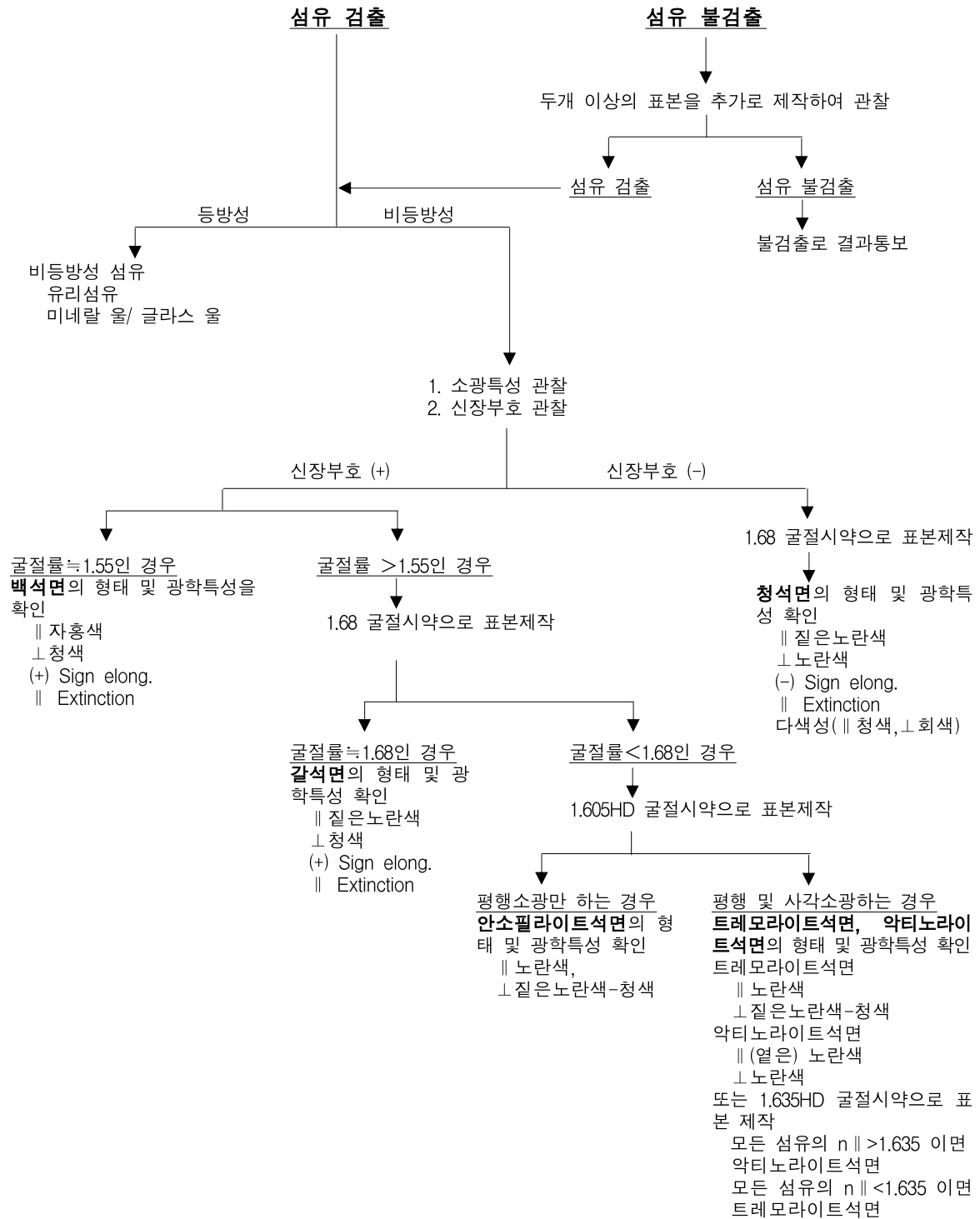
³출처: US EPA Test Method EPA/600/R-93/116(상기 출처의 값 중 최소값에서 최대값)⁴백석면, 갈석면, 청석면은 pseudo-zero extinction을 보여 거의 평행소광으로 관찰됨(0~4°의 소광각을 보일 수 있음).⁵(+): length slow, (-): length fast

[표 7] 석면의 분산염색 색깔 및 조화과장¹

석면	굴절용액	$n_{\parallel}$	$n_{\perp}$
백석면	1.550HD	자홍색 ~ 밝은 청색-녹색 $\lambda_0 \approx 520 \sim 620 \text{ nm}$	청녹색 ~ 옅은 청색 $\lambda_0 \approx 600 \sim 700 \text{ nm}$
갈석면	1.680	노란색 ~ 자홍색 $\lambda_0 \approx 420 \sim 520 \text{ nm}$	청색-자홍색 ~ 밝은 청색 $\lambda_0 \approx 560 \sim 660 \text{ nm}$
청석면	1.680	노란색 ~ 자홍색 $\lambda_0 \approx 420 \sim 520 \text{ nm}$	옅은 노란색 ~ 짙은 노란색 $\lambda_0 \approx 360 \sim 460 \text{ nm}$
안소필라이트석면	1.605HD	옅은 노란색 ~ 노란색 $\lambda_0 \approx 330 \sim 430 \text{ nm}$	짙은 노란색 ~ 밝은 청색-녹색 $\lambda_0 \approx 460 \sim 770 \text{ nm}$
트레모라이트석면	1.605HD	옅은 노란색 ~ 노란색 $\lambda_0 \approx 330 \sim 430 \text{ nm}$	짙은 노란색 ~ 밝은 청색-녹색 $\lambda_0 \approx 460 \sim 700 \text{ nm}$
악티노라이트석면	1.605HD 1.630HD	옅은 노란색 $\lambda_0 \approx 260 \sim 360 \text{ nm}$ 노란색 ~ 자홍색 $\lambda_0 \approx 420 \sim 520 \text{ nm}$	옅은 노란색 ~ 짙은 노란색 $\lambda_0 \approx 360 \sim 460 \text{ nm}$ 짙은 노란색 ~ 청색 $\lambda_0 \approx 450 \sim 600 \text{ nm}$

¹출처: US EPA Test Method EPA/600/R-93/116

입체현미경과 편광현미경 상에서 검출된 각각의 섬유 종류를 편광현미경을 이용해 정성분석한다. 1.55HD 굴절시약으로 표본을 제작하고 단일편광 및 교차편광 상태에서 관찰한다.



[그림 21] 편광현미경을 이용한 석면 정성분석 흐름도

6.2. 비석면 섬유상 물질

석면이 함유된 건축자재 중 가장 큰 부분을 차지하는 것은 석면 보온·단열재로, 일반적으로 하나 이상의 섬유상 물질과 무기결합재, 충전재 등으로 구성된다. 석면 이외에 주로 사용되는 섬유상 물질로는 셀룰로오스섬유, 무기인조섬유(유리섬유, 미네랄 울, 세라믹 울, 카본섬유 등), 합성섬유(폴리에틸렌 및 폴리올레핀류), 기타 섬유상 광물(규회석, 해포석) 등이 있다. 무기결합재로는 주로 석회(lime)와 석고 회반죽(gypsum mortar) 등이 주로 사용되며, 충전재로는 펄라이트(perlite), 규조토(diatoms), 질석(vermiculite), 활석(talc), 점토(clay), 운모(mica) 등이 주로 사용된다. 이러한 무기결합재와 충전재는 광물성 원료이므로 경우에 따라 불순물로서 방해석(calcite), 백운석(dolomite), 마그네사이트(magnesite), 녹니석(chlorite), 석고(gypsum), 석영(quartz), 리자다이트(lizardite), 안티고라이트(antigorite) 등의 광물이 함께 혼입되어 검출되기도 한다.

편광현미경을 이용한 석면분석을 위해 석면분석자는 석면함유 건축자재의 일반적인 성상과 구성 성분에 익숙할 필요가 있다. 특히 석면은 아니지만 보온·단열재 등 건축자재에 많이 사용되어 석면 분석 시 자주 검출되는 섬유상 물질의 광학특성을 알면 석면을 보다 잘 구분하는데 도움이 된다. 일부 섬유상 물질의 경우 편광현미경 상에서 광학특성이 석면과 유사해서 석면분석 시 석면으로 오인하는 양성오류(false positive)를 일으킬 수 있으므로, 분석자는 이들 섬유상 물질의 특성을 잘 알고 석면과 구분할 수 있어야 한다(표 8, 9 참조).

1) 종이(paper, cellulose)

종이와 같은 자연 유기섬유는 건축자재에 매우 흔하게 사용된 섬유상 물질 중 하나로, 굴절률과 형태가 백석면과 유사해서 일부 시료의 성상과 형태에 따라 백석면으로 잘못 분석할 수 있다. 그러나 종이는 형태가 납작하며, 섬유의 끝 부분이 퍼진 섬유다발이 아니고 점점 가늘어지거나 매끈하게 끊어지고, 부분적으로 리본과 같이 접혀있는 등의 형태적 특징을 보인다¹⁾. 또한 교차편광에서는 일반적으로 불완전소광하는 특성을 보인다²⁾. 분산염색 색깔은 1.55 HD 굴절시약에서 편광자의 편광 투과축에 수평방향일 때 섬유의 가장자리에서 옅은 노란색, 수직방향일 때 옅은 청색을 보인다. 만약 이런 특성으로도 백석면과 구분이 명확하지 않을 때에는 시료를 전기로에 넣고 약

1) 일부 타입(shred type)은 석면과 유사하게 끝 부분이 마치 퍼진 다발처럼 보이기도 한다.

2) 일부 타입의 경우 완전소광을 보이기도 한다.

450℃에서 30분에서 1시간 이상 가열하면 유기섬유는 회화되어 사라지므로 석면과 쉽게 구분 가능하다.

2) 폴리에틸렌(polyethylene)

일부 형태(shred type)의 폴리에틸렌은 굴절률과 형태가 백석면과 유사해서 백석면으로 잘못 분석할 수 있다. 분산염색 색깔이 1.55 HD 굴절시약에서 백석면과 매우 유사하나 섬유 지름방향의 굴절률이 백석면에 비해 다소 낮으므로 자세히 관찰하면 편광자의 투과축에 수직방향일 때 다소 옅은 청색을 보인다. 복굴절률이 높지만 두께가 얇아서 교차편광에서의 간섭색이 일반적으로 흰색에서 회색을 보인다. 시료를 전기로에서 회화시키거나, 슬라이드 상에서 알콜램프나 핫플레이트 등으로 가열하면 쉽게 녹아 사라지는 특성을 보인다.

3) 수활석(brucite)

백색에서 회미한 갈색을 띠는 곧은 직선형의 섬유로 형태가 각섬석계의 석면과 매우 비슷하다. 그러나 석면에 비해 인장강도가 낮아 쉽게 부서지고 산에 녹는다. 신장부호가 (-)이지만 다색성이 없으므로 청석면과 쉽게 구별된다. 굴절률이 1.55보다 높아서 1.55 HD 굴절시약에서 편광자의 편광 투과축에 수평방향일 때 짙은 노란색, 수직방향일 때 노란색을 보인다.

4) 규회석(wollastonite)

사각소광을 보이고 굴절률이 악티노라이트석면이나 안소필라이트석면과 유사하므로 이들 석면으로 잘못 분석할 수 있다. 그러나 규회석은 침상형(acicular) 섬유로 바늘이나 긴 썰기와 같은 삼각형의 모양을 보이므로 면밀히 관찰하면 형태가 석면과는 다소 다르다. 규회석은 $n_{\parallel}$ 이 β 이고, $n_{\perp}$ 이 α 와 γ 이기 때문에 교차편광에 위상판을 삽입한 상태에서 섬유를 대각 방향으로 놓고 커버슬립을 두드려 섬유를 굴러 뒤집어보면, 섬유의 신장부호가 (+)에서 (-)로 바뀌므로 간섭색이 파란색과 붉은색으로 바뀐다. 또한 규회석을 진한 염산에 잠기게 했다가 핫플레이트에서 말려 현미경으로 관찰하면 섬유 표면에 마치 나무껍데기나 그물망과 같은 격자무늬가 생성되는 특징을 보인다.

5) 섬유상 활석(fibrous talc)

얇고 구불구불하며 리본처럼 꼬여있거나 겹쳐 있는 형태적 특징을 보인다. 섬유 길이방향의 굴절률이 백석면에 비해 높아서, 분산염색 색깔이 1.55 HD 굴절시약에서 편광자의 편광 투과축에 수평방향일 때 노란색 또는 회미한

노란색을 보이고, 수직방향일 때는 커버슬립을 두드려 섬유를 굴려 뒤집어보면 두개의 굴절률이 관찰되어 희미한 노란색과 청색으로 바뀌는 특징을 보인다.

[표 8] 석면으로 오인하기 쉬운 일부 섬유상 물질의 광학특성¹

섬유	형태	굴절률	복굴절률	소광/ 소광각	신장 부호
종이/셀룰로오스 (Paper/Cellulose)	납작하며 끝 부분이 매끈하거나 점점 가늘 어짐. 리본처럼 부분적으로 접혀 있기도 함	$n_{\parallel} \approx 1.580$ $n_{\perp} \approx 1.530$	높음 (0.05)	불완전소광 / 평행소광 (때때로 완전소광)	+
폴리에틸렌 (Polyethylene)	가늘 실과 같은 섬유 다발 또는 갈라진 끝단	$n_{\parallel} \approx 1.556$ $n_{\perp} \approx 1.512$	중간 (0.044)	완전소광	+
수활석 (Brucite)	직선형의 곧은 섬유 및 섬유다발	$n_{\parallel} \approx 1.580$ $n_{\perp} \approx 1.580-1.600$	중간 (0.012-0.02)	완전소광 / 평행소광 (때때로 사각소광)	- (때때로 +)
규회석 (Wollastonite)	바늘과 같은 직선형 또는 긴 뺨기 형태의 섬유	$n_{\parallel} \approx 1.632$ $n_{\perp} \approx 1.610, 1.632$	낮음-중간 (0.002)	완전소광 / 평행 및 사각소광	+, -
섬유상 활석 (Fibrous talc)	얇고 구불구불함 리본처럼 접혀있기도 함	$n_{\parallel} \approx 1.589-1.60$ $n_{\perp} \approx 1.539-1.55$	높음 (0.06)	완전소광 / 평행 및 사각소광	+
유리섬유 (Glass fiber)	곧고 길며 일정한 지름의 직선형 섬유	$n \approx 1.52-1.55$	등방성 (0)	해당없음	해당없음
미네랄울 /세라믹울 (Mineral wool /Ceramic wool)	다양한 지름과 길이의 섬유. 완만하게 굽어 있거나 일부 곧은 섬유. 동그란 멍울 등이 보임.	$n_{\parallel} \approx 1.52-1.72$	등방성 (0)	해당없음	해당없음

¹출처: McCrone, W. C., Asbestos Identification, 2th, 1987

[표 9] 일부 합성섬유의 광학특성¹

섬유	굴절률		복굴절률	신장부호
	n	n _⊥		
폴리에스테르 (Polyester)	1.70	1.54	0.16	+
폴리아마이드 (Polyamide)	1.575	1.520	0.055	+
아라미드(케블라) (Aramid)	2.37	1.65	0.72	+
폴리에틸렌 (Polyethylene)	1.57	1.52	0.05	+
폴리프로필렌 (Polypropylene)	1.52	1.495	0.025	+
비스코스 레이온 (Viscose rayon)	1.55	1.52	0.03	+
아세테이트(di-) (Acetate)	1.480	1.476	0.004	+
아세테이트(tri-) (Acetate)	1.472	1.472	0.0001	+
아크릴 (Acrylic)	1.515	1.520	0.005	-
모드 아크릴 (Modacrylic)	1.534	1.530	0.004	+
폴리페닐렌 설파이드 (Polyphenylene sulfide)	2.00	1.74	0.26	+

¹출처: McCrone, W. C., Asbestos Identification, 2th, 1987

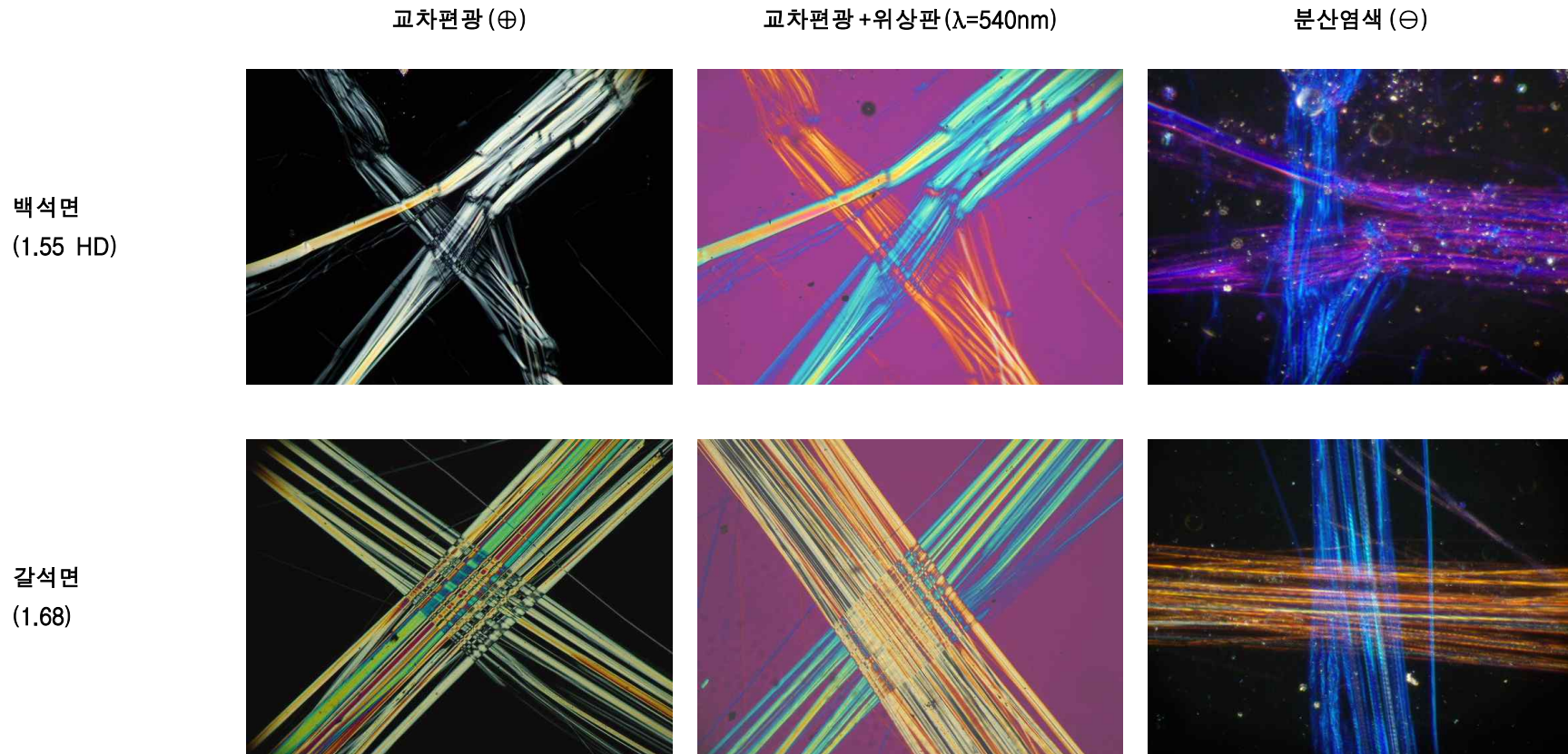
6.3. 석면의 열 변성

석면이 고온에 노출되면 일부 광학성질에 변화가 발생한다. 따라서 시료의 전처리를 위해 열 회화를 실시하거나, 시료 중 열 변성된 석면의 함유가 의심되는 경우 분석에 주의해야 한다.

갈석면과 청석면은 300~500℃의 온도에 계속해서 노출되면 색상과 굴절률에 변화가 크게 발생한다. 갈석면의 경우 다색성이 강해져서 붉은 갈색(Ⅱ)과 노란 갈색(Ⅰ)의 다색성을 보이고, 굴절률과 복굴절률이 다소 높아지는 특성을 보인다. 청석면의 경우 청색이 사라져 붉은 갈색(Ⅱ)과 노란 갈색(Ⅰ)의 다색성을 보이고, 굴절률이 다소 높아지며 신장부호가 (-)에서 (+)로 바뀌는 특성을 보인다. 따라서 석면이 고온에 수 시간 이상 노출되어 열 변성된 후에는 편광현미경을 이용해 갈석면과 청석면을 구분하기 어렵다. 그러나 현장시료에서는 시료 중 석면 전체가 고르게 열 변성된 경우가 드물기 때문에 열 변성된 두 석면을 구분할 수 있다.

백석면은 갈석면이나 청석면과 달리 광학성질의 변화가 비교적 적다. 백석면은 300℃의 온도에 계속해서 노출되면 굴절률이 다소 낮아지는 정도의 변화를 보인다. 석면의 열 변성 특성과 광학성질이 변화되는 정도는 노출된 온도와 시간에 따라 달라므로 주의해야 한다¹⁾.

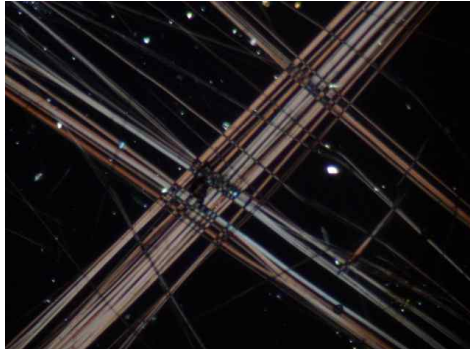
1) 석면의 열에 의한 굴절률 등 광학특성 변화에 대한 보다 자세한 사항은 교재의 참고문헌 20, 21을 참조한다.



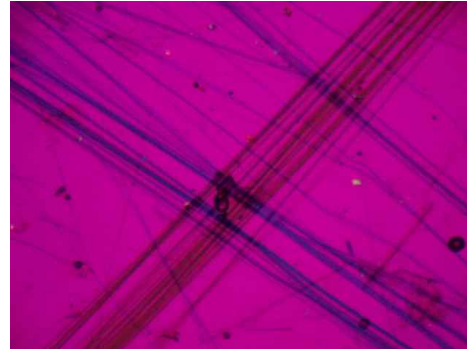
[그림 22A] 편광현미경으로 관찰한 석면의 광학성질(US NIST SRM1866b, 1867a)

청석면
(1.68)

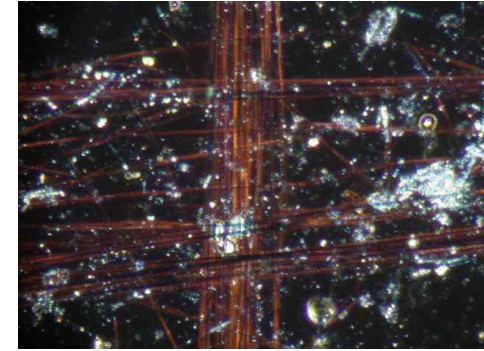
교차편광 (⊕)



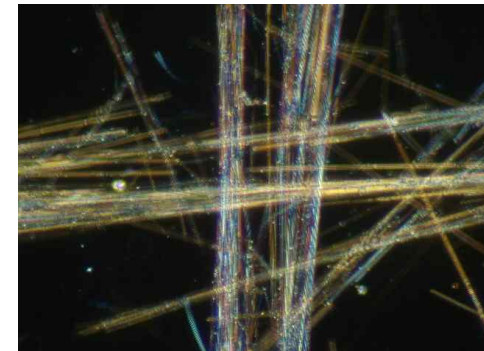
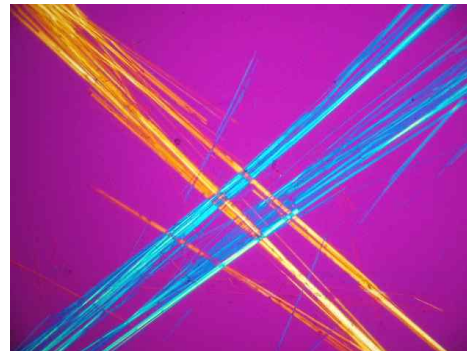
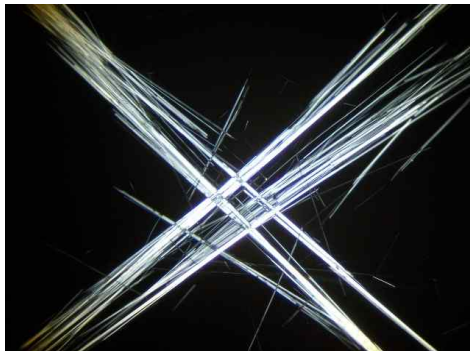
교차편광 + 위상판 ($\lambda=540\text{nm}$)



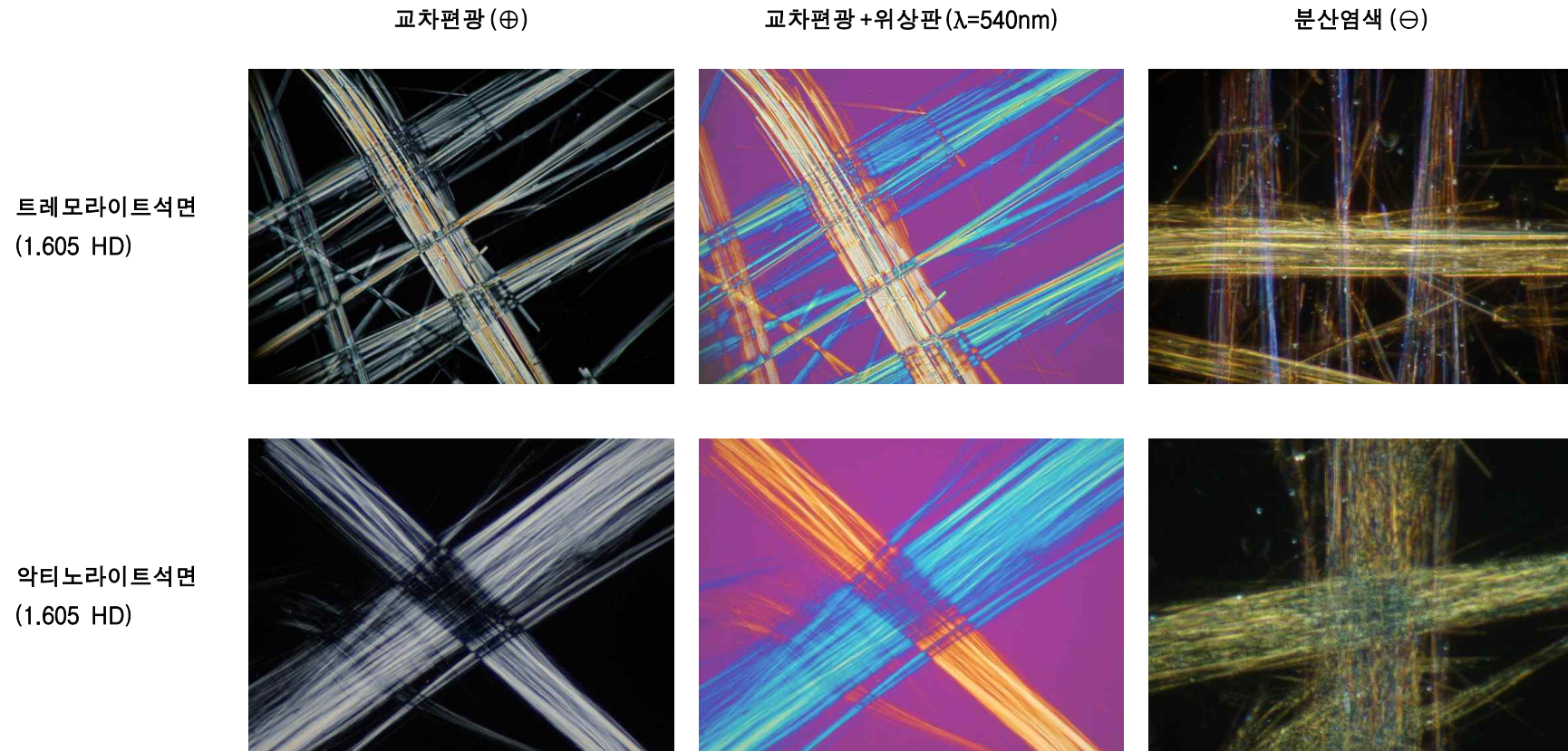
분산염색 (⊖)



안소필라이트석면
(1.605 HD)



[그림 22B] 편광현미경으로 관찰한 석면의 광학성질(US NIST SRM1866b, 1867a) - 계속



[그림 22C] 편광현미경으로 관찰한 석면의 광학성질(US NIST SRM1866b, 1867a) - 계속

7. 정량분석

정성분석이 끝난 시료는 시료의 대표적인 부분을 채취하여 정량분석을 실시한다. 대부분의 선진국에서 고형시료 중 석면분석에 편광현미경을 주로 사용하는 이유는 분석법의 실용성에 기초를 두고 있다. 일반적으로 석면함유물질의 위해성과 관리의 우선순위는 석면의 종류나 함유율보다는 물질의 성상, 손상정도, 접근성 등에 따른 석면 비산성에 비례한다. 따라서 고형시료 중 석면의 분석 결과는 석면의 검출여부 판별이 가장 중요하며, 석면이 검출되었다면 석면이 미량 함유인지 또는 1%를 초과 함유하여 산업안전보건법에서 규정하는 석면해체·제거대상인 석면함유물질인지 여부의 판별이 중요하다. 석면분석 시 사용되는 정량분석법으로는 시야평가법(visual estimation), 포인트계수법(point counting), 중량분석법(gravimetry)이 있다. 편광현미경을 이용한 석면의 정량분석 결과는 시료의 성상과 정량방법에 따라 분석결과가 가지는 의미와 정확도 및 정밀도가 차이를 보일 수 있으므로 결과해석 시 주의해야 한다.

7.1. 시야평가법

시야평가법(visual estimation)이란 현미경으로 관찰하는 시야 상에서 석면의 함유율을 가늠하는 방법이다. 시야평가법은 입체현미경을 이용할 경우 약 10~40배에서 시료 중 석면 함유율을 정량하며 분석결과는 시료 중 석면의 부피비로 표현된다. 편광현미경을 이용할 경우 표본 관찰 시 투영되는 시야 상의 면적으로 시료 중 석면의 함유율을 정량하며 분석결과는 시료 중 석면의 면적비로 표현된다. 시료의 대표적인 부분으로 최소 3개 이상의 표본을 제작하여 표본의 전체 면적을 관찰하여 정량한다. 검출한계는 별도의 전처리 방법을 적용하지 않을 경우 0~1% 이하 수준으로 알려져 있다. 시료를 균일하게 할 필요가 있을 때에는 분석 전에 막자와 막자사발을 이용해 시료를 혼합하고 분쇄한다. 표본은 시료가 고르고 서로 겹치지 않고 균일하게 퍼지도록 제작한다. 필요에 따라 넓은 커버슬립을 사용하는 것도 도움이 된다. 시야평가법은 석면의 함유율을 빠른 시간 내에 분석할 수 있어 가장 널리 사용되는 실용적인 정량분석법이지만 분석결과의 정확도 및 정밀도가 분석자의 능력에 따라 크게 좌우되며 분석자 간에 분석결과의 변이가 크다. 시야평가법을 적용한 분석 결과는 석면 함유율을 포인트계수법이나 중량분석법에 비해 대체로 과대평가하는 것으로 알려져 있다. 따라서 시야평가법은 결합재 및 충전재의 종류에 따라 석면을 일정한 중량비율로 함유한 정량표준(calibration standard)의 관찰 및 비교를

통해 분석자의 육안을 보정(calibration)한 후 분석해야 분석의 정확도와 정밀도를 높일 수 있다. 이와 같이 사전에 정량표준의 관찰을 통해 훈련된 분석자가 정량표준과 비교하여 시야평가하는 정량방법을 **표준보정 시야평가법(calibrated visual estimation)**이라 한다. 이때 정량표준물질은 실험실에서 직접 제조하거나 상업적으로 시판되는 표준물질을 구매 또는 기 실시된 정도관리 시료 등을 활용할 수 있다.

7.2. 포인트계수법

포인트계수법(point counting)은 현미경 대안렌즈의 십자선을 사용하여 시야에서 십자선의 교차점과 중첩되는 입자 중 석면의 비율을 산출하는 방법이다. 1% 함유율을 기준으로 분석 시 십자선의 중심과 입자가 중첩되는 포인트의 수를 최소 400개 이상 계수한다. 포인트계수법은 분석자 개인 및 분석자 간의 분석결과의 정밀도가 시야평가법에 비해 높은 장점이 있으며, 많은 포인트를 계수할수록 정밀도는 높아진다. 그러나 포인트계수법은 분석이 수고스러우며 시료 구성성분의 밀도와 입자의 두께 분포에 따라 분석결과의 정확도 및 정밀도가 낮아지는 단점이 있다. 포인트계수법은 적용하기 전에 시료 중 섬유상 물질을 구분하고 어떤 종류의 석면이 있는지 정성분석이 끝난 후에 실시한다. 포인트계수법을 실시하는 일반적인 과정은 다음과 같다.

- 1) 시료가 균일하지 않거나 입자가 커서 표본제작이 어려운 경우, 먼저 시료를 분쇄 및 혼합한다.

※ 필요시 열 회화, 산 처리 등 적절한 전처리를 선행한다.

- 2) 분쇄 및 혼합이 끝난 시료 중에서 핀셋을 이용해 4~8회 무작위로 시료를 집어 표본을 제작한다.

※ 굴절시약은 시료 중 섬유상물질의 정성분석이 끝난 경우 시료 중 석면 또는 결합재의 굴절률과 차이가 큰 것을 사용하면 보다 높은 명암대비로 표본을 관찰할 수 있다. 지우개 등을 이용해 커버슬립을 눌러서 표본 전체에 입자가 균일하게 퍼지고 입자와 섬유가 겹치지 않도록 한다. 이때 커버슬립을 너무 세게 눌러서 커버슬립이 깨지거나 섬유가 커버슬립 가장자리 밖으로 빠져나오지 않도록 주의한다.

- 3) 제작한 표본을 전체적으로 관찰하여 입자가 균일 분포되도록 표본이 잘 제작되었는지 확인한다.

- 4) 교차편광(검광자가 삽입된 상태) 하에서 위상판을 삽입한 상태로 100배의 배율에서 관찰하면서 십자선의 교차점과 중첩되는 포인트의 수를 계수한다¹⁾.

1) 재물대에 X, Y-축으로 표본 이동 가능한 별도의 장치(point counting array)를 부착시켜 이용하면 표본 이동이 보다 편리하다.

각 섬유와 입자의 종류별로 구분하여 중첩되는 포인트의 수를 기록한다. 석면이 결합재와 함께 동시에 중첩되는 경우 두 번(각각 1개로) 계수한다.

- 5) 하나의 표본에서 중첩되는 포인트를 50~100개씩 계수하여 한 시료에서 모두 400개 이상 계수한다.

※ 표본 하나에서 50 포인트 계수 시 8개, 100 포인트 계수 시 4개의 표본을 제작한다.

- 6) 석면 함유율(백분율)을 아래와 같이 계산하여 결과통보한다.

$$\text{석면 함유율(\%)} = \frac{\text{석면의 중첩된 포인트 수}}{\text{전체 중첩된 포인트 수}} \times 100$$

※ 시료 중 석면이 검출되었으나 십자선의 교차점과 중첩된 포인트가 없거나 3개 이하인 경우, 미량검출(미량: 1% 미만)로 결과통보한다.

7.3. 중량분석법

중량분석법(gravimetry)은 미리 무게를 측정한 일정량의 시료를 전처리해 석면을 제외한 물질을 제거한 후, 전처리에 의해 제거되지 않은 최종 잔여 무기물의 무게를 측정하여 시료 중 석면의 중량비율을 계산하는 방법이다. 중량분석은 먼저 시료 중 섬유상 물질을 구분하고 어떤 종류의 석면이 있는지 정성분석이 끝난 후에 정량분석을 위한 전처리를 실시한다. 전처리는 일반적으로 전기로를 이용한 열 회화를 통해 시료 중 유기물질을 제거한 후, 염산을 이용한 산 처리를 실시하여 산용해성 물질을 제거시키는 과정을 거친다. 이 과정에서 저울을 이용해 최초 전처리에 사용된 시료의 무게와 각 전처리 단계별로 감소된 잔여물의 무게를 측정하여 석면을 포함한 최종 잔여물의 중량 함유율을 계산한다. 전처리가 끝난 시료는 편광현미경으로 시야평가법 또는 포인트계수법을 이용해 정량하여 시료 중 석면의 함유율을 계산한다. 중량분석법은 전처리 과정을 통해 석면 외의 결합재 등 매트릭스를 제거한 후 분석하므로 분석의 검출한계 및 정량한계를 크게 낮출 수 있는 장점이 있다. 특히 바닥타일이나 매스틱과 같은 시료는 매우 가늘고 작은 석면을 함유하고 섬유가 무기안료(rutile 등)에 둘러싸여 쉽게 검출되지 않을 수 있기 때문에, 이와 같은 시료는 반드시 열 회화와 산 처리 후 중량분석법을 적용하여 분석해야한다. 열 회화와 산처리를 통한 중량분석 계산방법은 다음과 같다. 각 전처리 단계의 세부 과정과 단계별 주의사항은 제V장을 참고한다.

- 1) 사용할 도가니(뚜껑 포함)의 무게를 측정한다. - A
- 2) 적당량의 시료를 채취하여 미리 무게를 측정한 도가니에 담고 뚜껑을 덮은 후 무게를 측정한다. - B
- 3) 도가니를 전기로에 넣고 회화시킨다.
- 4) 회화가 끝나면 도가니를 전기로에서 꺼내 상온에서 냉각시킨 후 무게를 측정한다. - C
- 5) 회화가 끝난 시료가 담긴 도가니에 25% 염산용액을 가해 산 처리 한다.
- 6) 여과지의 무게를 측정한다. - D
- 7) 진공여과추출장치에 무게를 측정한 여과지를 올려놓고, 산 처리가 끝난 시료를 여과시킨다.
- 8) 여과물이 걸러진 여과지(여과물+여과지)를 꺼내 건조시킨다. 건조가 끝나면 무게를 측정한다. - E
- 9) 여과지 위의 여과물을 편광현미경으로 정량 분석하여 여과물중 석면의 함유율을 구한다. - F
- 10) 아래의 식을 이용하여 시료의 석면 함유율을 계산한다.

$$\textcircled{1} \text{ 최초 시료 무게} = B - A$$

$$\textcircled{2} \text{ 회화 후 시료 무게} = C - A$$

$$\textcircled{3} \text{ 산 처리 후 시료 무게} = E - D$$

$$\text{시료 중 유기물질 함유율(\%)} = \frac{\textcircled{1} - \textcircled{2}}{\textcircled{1}} \times 100$$

$$\text{시료 중 산 용해성 물질 함유율(\%)} = \frac{\textcircled{2} - \textcircled{3}}{\textcircled{1}} \times 100$$

$$\textcircled{4} \text{ 시료 중 잔여 무기물 함유율(\%)} = \frac{\textcircled{3}}{\textcircled{1}} \times 100$$

$$\text{잔여 무기물 중 석면 함유율(\%)} = F$$

$$\text{시료의 석면 함유율(\%)} = \frac{\textcircled{4} \times F}{100}$$

8. 결과처리

분석결과통보서에는 시료 중 석면의 검출여부와 검출된 석면의 종류 및 함유율이 반드시 기재되어야 한다. 분석결과를 정확하게 전달하고 결과의 신뢰성을 확보하기 위해서 가능한 아래의 사항을 포함하여 결과서에 기재하는 것이 바람직하다.

- 시료의 특성 : 시료의 종류, 양, 색깔, 질감 등 개괄적인 특성
- 입체현미경을 이용한 예비분석결과 : 입체현미경으로 관찰시 섬유 검출여부, 검출된 섬유상 물질의 수 및 특성
- 시료의 균일성 : 시료의 균일성이 높은지 또는 낮은지 여부, 시료가 2개 이상의 상이한 층으로 구분되어 있는지 여부
- 적용분석법 : 시료의 정성 및 정량분석에 적용한 분석방법
예) 분산염색을 이용한 편광현미경법 / 시야평가법
- 전처리 방법 : 열 회화 또는 산 처리 등 시료의 전처리 방법(적용 시에 한함)
- 석면분석결과 : 석면 검출여부, 검출된 석면의 종류별 함유율, 기타 검출된 섬유상물질
- 검출된 석면의 결정광학 특성 : 형태, 색깔/다색성, 굴절률, 복굴절률, 신장부호, 소광특성, 분산염색 색깔
- 기타 : 외부석면분석정도관리 최근 회차의 참여 결과 등 기타 분석결과의 정확도와 신뢰성을 확보하고 결과 해석에 도움이 되는 제반 정보들

※ 기타 분석결과 통보 시 주의사항

- 시료가 성상이 다른 두개 이상의 층으로 구분되는 경우에는 각각의 층을 구분하여 분석하고 결과통보해야 한다.
- 시료에서 석면이 검출되었으나 함유율이 1% 또는 1% 미만이라고 판단될 때에는 시야평가법 만으로 정량하여 결과통보할 수 없다. 이런 경우에는 반드시 포인트계수법 또는 중량분석법 등 보다 정확도와 정밀도가 높은 것으로 알려진 정량분석법을 추가 적용하여 함유율이 1%를 초과하지 않는지 면밀하게 분석해야 한다.
- 시야평가법을 적용한 결과가 포인트계수법 또는 중량분석법과 다를 때에는 포인트계수법이나 중량분석법을 적용한 분석결과가 시야평가법의 결과 보다 우선한다.
- 포인트계수법 또는 중량분석법을 적용 시 결과가 1%에 가까울 때에는 결과가 정수가 되도록 반올림해 결과통보하지 않도록 주의해야 한다. 예를 들어 400 포인트 계수 시 석면이 5 포인트가 검출되었다면 분석결과는 1.25%로 통보되어야 한다. 이것을 반올림해서 1%로 결과통보하지 않도록 한다.

9. 정도관리

9.1. 내/외부 정도관리

각 석면분석기관은 반드시 실험실 외부석면분석정도관리 프로그램에 참여하여 분석결과의 정확도 및 정밀도 유지·향상에 노력해야 한다. 외부정도관리 참여를 통해 분석자는 분석 중 오류를 범하기 쉬운 다양한 시료들을 미리 분석하고 경험하여 향후 실제 시료분석 시 오류를 범하는 것을 미연에 방지할 수 있다. 고형석면의 분석정도관리에 사용된 시료는 기준값을 정량분석 시 표준보정 시야평가를 위한 정량 표준물질로 활용할 수 있을 뿐만 아니라 내부정도관리 시료로도 활용 가능하다.

9.2. 교육

석면분석의 오류를 줄이고 숙련된 분석자가 되기 위해서는 편광현미경의 원리와 석면을 포함한 광물학에 대한 일련의 기본지식을 이해하고, 다양한 시료 분석을 통해 분석경험을 축적하는 것이 매우 중요하다. 편광현미경을 이용한 석면분석은 분석기기로부터 산출되는 일련의 데이터를 통해 분석하는 것이 아니라 현미경을 통해 분석자가 육안으로 광학성질을 관찰하고 판단하므로, 다른 분석법 보다 분석자의 지식과 경험에 크게 의존한다. 따라서 초급분석자는 분석이 일정 수준 이상 숙련되기 전 까지 숙련된 분석자의 교차분석 등 확인 없이 분석결과를 통보하지 않도록 해야 한다.

9.3. 분석시간

편광현미경을 이용한 고형시료 중 석면분석의 정확도와 정밀도는 분석 시간에도 영향을 받는다. 각 시료를 충분한 시간을 할애하여 관찰하지 않으면 분석의 오류를 범할 가능성이 높아진다. 따라서 석면분석 시에는 한 분석자가 하루에 지나치게 많은 시료를 분석하지 않도록 해야 한다. 시료 하나 당 적절한 분석 소요시간은 시료의 종류와 성상 및 전처리방법 등에 따라 크게 달라지지만 일반적인 석면시멘트, 단열재, 뿔칠재, 가스켓 등은 시료 하나 당 적어도 15~20분, 그 밖에 비닐바닥타일, 석면함유 토양, 기타 광물 중 불순물로 함유된 석면 등의 분석은 그 두배 이상 충분한 분석시간을 할애하는 것이 바람직하다.

9.4. 장비 및 시약 보정

분석의 검출한계를 높이고 광학특성을 정확히 관찰하기 위해, 분석자는 매 분석시작 전에 편광현미경의 광학부품을 조절하여 Köhler 조명이 잘 구현되도록 하고 편광자와 검광자의 직교 및 대안렌즈 십자선과의 일치 여부를 확인해야 한다. 분석에 사용되는 굴절시약은 고체 표준굴절시약(solid refractive index standard)이나 표준 석면시료를 이용하여 굴절률에 변화가 있는지와, 공표본(시료 없이 굴절시약과 슬라이드 및 커버슬립 만으로 제작한 표본)을 분석하여 굴절시약과 재료(슬라이드, 커버슬립 등)의 오염 여부를 주기적으로 확인해야 한다. 아울러 분석자의 건강보호를 위해 실험실에 사용되는 후드는 주기적으로 개구부의 공기 속도를 점검하고 필터를 교체해주어야 후드의 포집속도 저하에 따른 석면 비산을 방지할 수 있다.

참고문헌

1. US Geological Survey(USGS), Asbestos: Geology, Mineralogy, Mining, and Use
2. Malcom Ross, Arthur M. Langer, Gordon L. Nord, Robert P. Nolan, Richard J. Lee, D. Van Orden, John Addison, The Mineral Nature of Asbestos, Regul. Toxicol. Pharmacol. (2008), doi:10.1016/j.yrtph.2007.09.008
3. Walter C. McCrone, Polarized Light Microscopy, 1984
4. H. Wolfgang Zieler, The Optical Performance of the Light Microscope Part One, 1972
5. H. Wolfgang Zieler, The Optical Performance of the Light Microscope Part Two, 1973
6. Deer, W.A., R. A. Howie, and J. Zussman, An Introduction to the Rock Forming minerals, 2th, 1992
7. Elizabeth A. Wood, Crystals and Light - An Introduction to Optical Crystallography, 2th, 1977
8. Cornelis Klein, The Manual of Mineral Science, 22th, 2002
9. F. Donald Bloss, Optical Crystallography, 1999
10. Walter C. McCrone, Asbestos Identification, 2th, 1987
11. James T. Ganotes and Hiam T. Tan, Asbestos Identification by Dispersion Staining Microscopy, Am. Ind. Hyg. Assoc. J(41) 1/80, 1980
12. Robert L. Perkins, Point Counting Technique for Friable Asbestos-containing Materials, Research Triangle Institute
13. US EPA, Interim Method for the Determination of Asbestos in Bulk Insulation Samples, EPA-600/M4-82-020, 1982
14. US EPA, Method for the Determination of Asbestos in Bulk Building Materials, EPA/600/R-93/116, 1993

15. National Institute for Occupational Safety and Health(NIOSH), NIOSH Manual of Analytical Method (NMAM) 9002, 4th ed, 1994
16. Occupational Safety and Health Administration(OSHA), Method ID-191 In OSHA Analytical Methods Manual, 1990
17. Health and Safety Laboratory(HSL), Asbestos: The Analysts' Guide for Sampling, Analysis and Clearance Procedures, 2005
18. Standards Australia International Ltd, Method for the Qualitative Identification of Asbestos in Bulk Samples, AS 4964-2004, 2004
19. James S. Webber, Aiga Pupons and Joan M. Fleiser, Quality-control Testing for Asbestos Analysis with Synthetic Bulk Samples, American Industrial Hygiene Association Journal, (43) 6/82
20. Gary J. Laughlin and Walter C. McCrone, The Effect of Heat on the Microscopical Properties of Asbestos, Microscope, 37, 9-15, 1989
21. J. Prentice and M Keech McCrone Research Asocs. Ltd London, Alteration of Asbestos with Heat, Microscopy and Analysis, March 1989
22. Laurie Kazan-allen, Killing The Future - Asbestos Use in Asia, July, 2007
23. NIOSH/OSHA, Workplace Exposure To Asbestos: Review and Recommendations, DHHS(NIOSH) Publication 81-103, 1976

[붙임]

분산염색법을 이용한 석면의 굴절률 측정

굴절률(Refractive index, RI)은 편광현미경을 이용한 석면의 정성분석 시 반드시 관찰해야 하는 가장 중요한 광학특성이다. 석면분석 시에는 입자의 굴절률(α , γ)¹⁾을 확인하기 위해 중앙차단식 분산염색법을 이용해 입자의 색깔을 관찰한다. 분석 시 관찰한 분산염색 색깔을 바로 굴절률로 환산할 수 있다면 알려진 석면의 굴절률 범위에 해당하는지를 확인하고, 굴절률로부터 파생되는 이차적인 광학특성(복굴절률, 신장부호)을 편광현미경에서 관찰한 값과 비교하는 과정을 통해 정성분석의 정확도를 보다 높일 수 있다. 따라서 본 자료에는 특정 굴절률의 굴절시약에서 관찰되는 석면의 분산염색 색깔을 쉽고 정확하게 석면의 굴절률로 환산하는 방법을 기술하였다. 세부과정은 다음과 같다.

1) 굴절시약 선정

석면으로 의심되는 섬유를 표 A2의 굴절시약 중 적절한 굴절률의 굴절시약을 이용하여 표본을 제작한다. 정확한 굴절률 측정이 요구되는 경우 α 와 γ 를 각각 다른 굴절률의 굴절시약으로 제작한 표본을 이용해 측정하는 것이 바람직하나, 일상적으로 분석하는 시료는 하나의 굴절시약을 이용해 α 와 γ 를 모두 측정할 수 있다. 청석면은 1.68의 굴절시약을, 트레모라이트와 악티노라이트 및 안소필라이트는 굴절률 1.605의 굴절시약을 사용해서 관찰되는 분산염색 색깔로도 정성분석의 목적으로 적용하기에는 충분하다. 그러나 이 경우 석면의 굴절률이 시약에 비해 매우 높아 노란색에서 옅은 노란색의 분산염색 색깔을 보인다. 분산염색 색깔을 조화파장으로 변환 시의 오차를 줄여 굴절률을 정확하게 측정하기 위해서는 색깔이 주황색에서 청색의 범주 내에 형성되는 것이 유리하므로 표 A2의 굴절시약을 사용하는 것이 바람직하다. 분석 시에는 석면 섬유를 잘 유리시켜 선명한 분산염색 색깔을 관찰해야 한다. 석면섬유를 깨끗하게 유리시켜 분산염색 색깔을 또렷하게 관찰하기가 어려운 시료는 전처리 시 바늘 등 기구를 사용해 섬유를 잘 유리시키고, 연필 지우개 등으로 커버슬립을 눌러 문질러서 섬유를 굴려주면

1) 석면과 같은 이축성 결정에서 세 개의 굴절률은 크기 순으로 $\gamma > \beta > \alpha$ 로 칭한다. 편광 상 신장부호가 (+)인 석면(백석면, 갈석면, 안소필라이트석면, 트레모라이트석면, 악티노라이트석면)은 길이방향의 굴절률($n_{||}$)을 γ , 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)을 α 로 간주할 수 있다. 반대로, 신장부호가 (-)인 청석면은 길이방향의 굴절률($n_{||}$)을 α , 지름방향의 굴절률($n_{\perp}$)을 γ 로 간주한다.

깨끗한 석면섬유의 표면을 얻을 수 있다.

2) 굴절시약의 온도 측정

표본 중 굴절시약의 온도를 측정하여 기록한다. 그러나 이를 직접 측정할 수는 없으므로 만약 표본이 실험실 실내 온도와 평형을 이루고 있다고 가정한다면, 표본 중 굴절시약의 온도는 실내 온도와 같다고 볼 수 있다. 다만, 현미경에 따라서는 조명에 의해 표본의 온도가 2℃ 정도 상승할 수 있으므로 주의한다.

3) 분산염색 색깔 관찰 - α

α 의 분산염색 색깔을 관찰한다. 섬유가 청석면으로 의심되는 경우 채물대를 돌려 섬유를 편광자의 편광 투과축에 수평 방향(동서방향)으로, 나머지 다섯 가지 석면으로 의심되는 경우 편광의 투과축에 수직 방향(남북방향)으로 놓고 분산염색 색깔을 관찰한다. 비록 각섬석계 석면(트레모라이트석면, 악티노라이트석면)은 섬유의 방향과 결정축의 방향이 일치하지는 않지만 차이가 크지 않으므로 α 로 간주해도 무방하다. 일반적으로 하나가 아닌 일정범위의 분산염색 색깔이 관찰되므로, 이런 경우 가장 낮은 굴절률(가장 높은 조화파장)의 분산염색 색깔을 선택한다. 예를 들어, 분산염색 색깔이 청색에서 밝은 청색의 색깔을 보이면 밝은 청색을 선택한다.

4) 조화파장 산출

관찰한 분산염색 색깔을 조화파장(matching wavelength, λ_0)으로 변환한다. 그림 A1과 표 A1을 참조한다.

5) 굴절률 α 환산

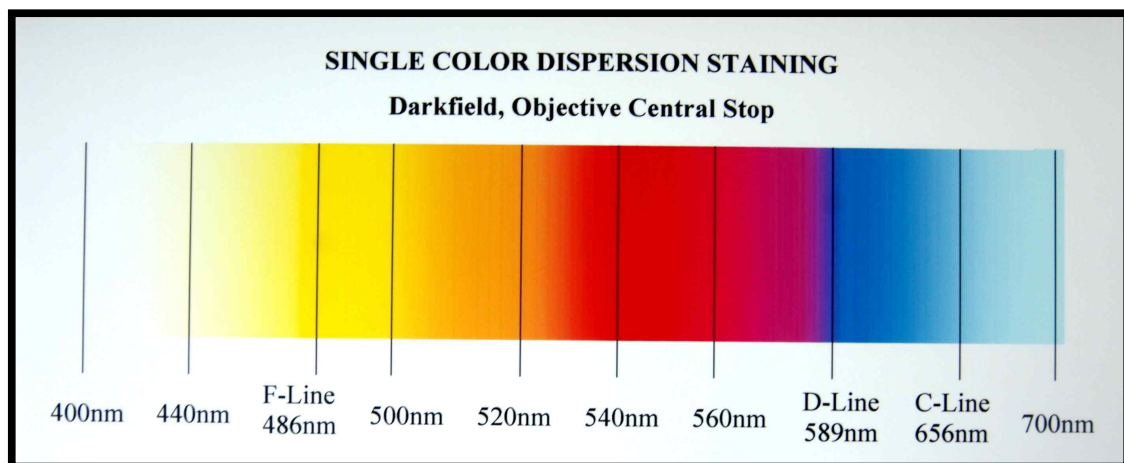
표 A2의 환산표를 이용해 사용한 굴절시약과 온도(t)에 따른 조화파장(λ_0)을 석면의 굴절률 α 로 환산한다.

6) 분산염색 색깔 관찰 - γ

채물대를 90° 회전시키고 3) - 5)의 과정을 반복하여 굴절률 γ 을 산출한다. 이 때도 일반적으로 하나가 아닌 일정범위의 분산염색 색깔이 관찰되므로, 이런 경우 가장 높은 굴절률(가장 낮은 조화파장)의 색깔을 선택한다. 예를 들어, 분산염색 색깔이 보라색에서 붉은 보라색의 색깔을 보이면 붉은 보라색을 선택한다.

[표 A1] 분산염색 색깔과 조화파장 대비표¹

조화파장 (λ_0 , nm)	분산염색 색깔 (central stop D.S.O. 사용 시)
<340	흰색-매우 옅은 노란색
400	매우 옅은 노란색
430	옅은 노란색
455	질은 노란색
485	주황색
520	붉은 보라색
560	보라색
595	질은 청색
625	청록색
660	밝은 청록색
700	옅은 청록색
1500	흰색-매우 옅은 청록색

¹출처: McCrone, W. C., Asbestos Identification, 2th, 1987

[그림 A1] 중앙차단식 분산염색법의 분산염색 색상표

[표 A2] 조화파장(λ_0)에 따른 석면의 굴절률 환산표^{1,2}

석면	백석면	갈석면	청석면	트레모라이트			악티노라이트/안소필라이트		
굴절시약	1.550 E series	1.680 B series	1.700 B series	1.620 E series	1.610 E series	1.635 E series	1.625 E series	1.610 E series	1.635 E series
굴절률	α, γ	α, γ	α, γ	α, γ	α	γ	α, γ	α	γ
λ_0 (nm)									
400	1.579	1.707	1.738	1.651	1.640	1.668	1.654	1.636	1.666
420	1.573	1.702	1.731	1.645	1.634	1.662	1.649	1.632	1.660
440	1.569	1.698	1.725	1.640	1.629	1.657	1.644	1.627	1.655
460	1.565	1.694	1.720	1.636	1.626	1.652	1.640	1.624	1.651
480	1.562	1.691	1.716	1.633	1.622	1.649	1.637	1.621	1.648
500	1.559	1.689	1.712	1.630	1.619	1.645	1.634	1.618	1.645
520	1.557	1.686	1.709	1.627	1.617	1.643	1.632	1.616	1.642
540	1.554	1.684	1.706	1.625	1.615	1.640	1.629	1.614	1.640
560	1.552	1.682	1.703	1.623	1.613	1.638	1.627	1.612	1.638
580	1.551	1.681	1.701	1.621	1.611	1.636	1.626	1.611	1.636
589	1.550	1.680	1.700	1.620	1.610	1.635	1.625	1.610	1.635
600	1.549	1.679	1.699	1.619	1.609	1.634	1.624	1.609	1.634
620	1.548	1.678	1.697	1.618	1.608	1.632	1.623	1.608	1.633
640	1.546	1.677	1.695	1.616	1.606	1.631	1.621	1.607	1.631
660	1.545	1.676	1.694	1.615	1.605	1.630	1.620	1.606	1.630
680	1.544	1.675	1.692	1.614	1.604	1.628	1.619	1.605	1.629
700	1.543	1.674	1.691	1.613	1.603	1.627	1.618	1.604	1.628
720	1.542	1.673	1.690	1.612	1.602	1.626	1.617	1.603	1.627
740	1.542	1.672	1.689	1.611	1.601	1.625	1.616	1.602	1.626
760	1.541	1.671	1.688	1.610	1.600	1.624	1.616	1.601	1.625
780	1.540	1.670	1.687	1.609	1.600	1.623	1.615	1.601	1.624
800	1.539	1.670	1.686	1.609	1.599	1.623	1.614	1.600	1.624
850	1.538	1.668	1.684	1.607	1.597	1.621	1.613	1.599	1.622
900	1.537	1.667	1.682	1.606	1.596	1.619	1.611	1.598	1.621
1000	1.534	1.665	1.679	1.603	1.594	1.617	1.609	1.596	1.618
온도 보정 : 굴절시약의 온도가 25℃가 아닌 경우, 매 2℃ 감소(증가)시 마다 상기 굴절률에 0.001을 더한다(감한다).									

¹출처: Shu-Chun Su, A rapid and accurate procedure for the determination of refractive indices of regulated asbestos minerals, American Mineralogist, Vol.88, p1979-1982, 2003

²표에 있는 굴절률의 굴절시약 외 추가 자료는 미국 NIST의 NVLAB Technical report(참고문헌 3)를 참조

참고문헌

1. Shu-Chun Su, A Rapid and Accurate Procedure for The Determination of Refractive Indices of Regulated Asbestos Minerals, American Mineralogist, Vol.88, p1979-1982, 2003
2. Walter C. McCrone, Calculation of Refractive Indices from Dispersion Staining Data, Microscope(1987)37
3. US NIST, NVLAB Technical Report, Rapidly and Accurately Determining Refractive Indices of Asbestos Fibers by Using Dispersion Staining Method; A Standard Operation Procedure for Bulk Asbestos Analysis by Polarized Light Microscopy, 1996

본 교재에 기재된 내용은 집필자의 개인적 견해이며, 우리 연구원의 공식견해와 다를 수도 있음을 알려드립니다.

산업안전보건연구원장

**편광현미경을 이용한
고형시료 중 석면 분석**

(보건분야-교육자료 연구원 2009-15-95)

발 행 일 : 2009년 3월 초판 인쇄
2009년 9월 개정

발 행 인 : 산업안전보건연구원 원장 강 성 규

발 행 처 : 한국산업안전보건공단 산업안전보건연구원

집 필 자 : 권지운 (연구원, 직업환경연구실)

주 소 : 인천광역시 부평구 구산동 34-4

전 화 : (032) 5100-805

Homepage : <http://oshri.kosha.or.kr>

인쇄 : 무진문화(02-2274-7091)

[비매품]