

X선형광분석법에 의한 토양속의 몇가지 오염원소들의 동시정량

한혁심, 김승영

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《환경오염을 미리막는것은 사람들의 생활에 유리한 자연환경을 유지보존하고 인민들의 건강을 보호증진시키기 위한 중요한 방도로 됩니다.》(《김일성전집》 제83권 291페이지)

대기와 물과는 달리 토양오염은 간접적인 경로를 통하여 사람과 동식물에 영향을 준다. 따라서 토양의 화학조성에서의 변화를 관찰하여 토양오염상태를 진단하고 평가하는것은 매우 중요한 문제들중의 하나이다.[1, 3]

지금 우리 나라에서 토양분석은 주로 화학분석법[2]에 의존하고있으며 원자흡광분석법으로도 진행하고있다. X선형광(XRF)분석법은 분석시간이 짧고 시료조제방법이 간단할뿐아니라 여러가지 원소들을 동시에 분석할수 있으므로 리용분야가 매우 넓다.

우리는 X선형광분석기를 리용하여 토양속의 몇가지 오염원소들을 정량하기 위한 연구를 하였다.

실험 방법

기구로는 X선형광분석기(《ZSX PrimusⅢ+》)를 리용하였는데 여기에는 X선관(단창식 Rh 관으로서 전압 50kV, 전류 50mA이고 PR기체를 리용한다.), 비례계수기(PC)와 섬광계수기(SC)가 설치되어있다. 측정시편을 조제하기 위하여 진동분쇄기(《ZDM-100ML》)와 마노절구, 30t유압프레스(《MP-30》)를 리용하였다.

시편조제에서 점결제로는 스펙트르순의 붕산, 스테아린산을 리용하였다.

토양시료로는 석회암고풍화각에서 발달한 갈색토양을 리용하였다.

실험방법은 다음과 같다. 토양시료를 105~110℃의 건조로에서 2h이상 건조시킨 다음 방온도까지 식히고 진동분쇄기를 리용하여 0.075mm이하(200메쉬)로 분쇄한다. 다음 마노절구에서 시료와 점결제를 일정한 비율로 섞어서 혼합한 후 30t유압프레스를 리용하여 10t/cm²의 압력에서 약 20s동안 압착성형한 시편을 X선형광분석기로 측정한다.

실험결과 및 해석

X선형광세기에 미치는 전압, 전류의 영향 X선관의 전압과 전류변화는 정량분석에 직접적인 영향을 미치는 매우 중요한 인자들중의 하나이다. Zn K_α선의 형광세기에 미치는 전압과 전류의 영향은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 Zn K_α선의 형광세기는 전압과 전류가 증가함에 따라 증가

하다가 50kV, 50mA에서부터는 거의 변화가 없었다. 그러므로 전압은 50kV, 전류는 50mA로 선정하였다. 전압과 전류에 따르는 다른 원소들의 측정선들의 형광세기변화도 이와 같았다.

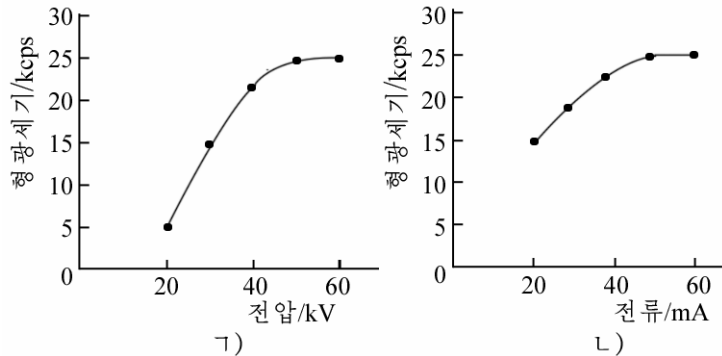


그림 1. Zn K_{α} 선의 형광세기에 미치는 전압(Γ)과 전류(L)의 영향

X선형광세기에 미치는 점결제의 종류와 함량의 영향 점결제는 시료의 빛흡성을 높여주며 측정할 때 진공분위기에서 시료의 파괴를 막아준다. 점결제의 종류와 함량에 따르는 토양시료의 형광세기변화를 측정한 결과는 그림 2와 같다.

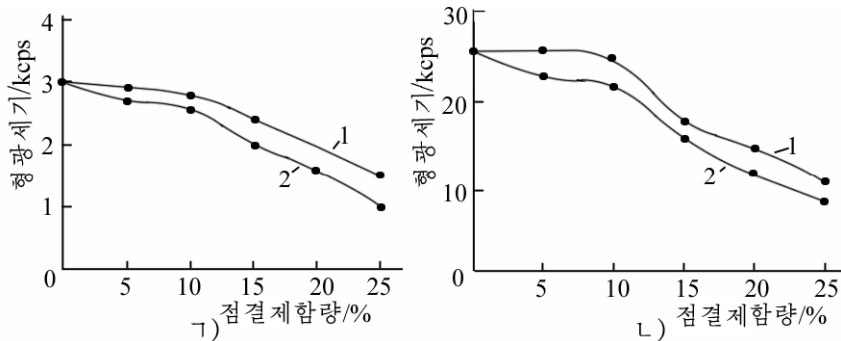


그림 2. 점결제의 종류와 함량에 따르는 토양시료의 형광세기변화

Γ) Cu K_{α} , L) Zn K_{α} , 1-붕산, 2-스테아린산

그림 2에서 보는바와 같이 Cu K_{α} 선에 비해 Zn K_{α} 선의 형광세기가 훨씬 더 크며 점결제의 종류에 따라 약간 차이가 있으나 시료에 첨가하는 점결제의 함량이 증가함에 따라 점차 감소하며 10%이상에서 세계 감소한다. 그러므로 실험에서는 X선형광분석기의 안정성과 점결제의 함량이 측정세기에 미치는 영향을 고려하여 점결제로 붕산을 선정하고 그 첨가량을 시료량의 10%로 하였다. 다른 원소들의 경우에도 같은 경향성이 나타났다.

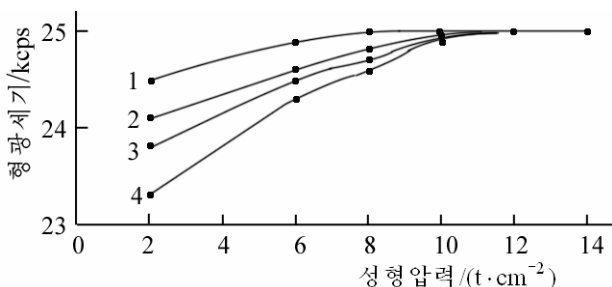


그림 3. 분말립도와 성형압력에 따르는

Zn K_{α} 선의 형광세기변화

1-4는 립도가 각각 30~50, 50~75, 75~100, 100~300μm인 경우

X선형광세기에 미치는 분말립도와 성형압력의 영향 측정시편을 준비할 때 분말립도와 성형압력은 얻어진 시편의 표면특성을 결정하며 결과적으로 X선형광세기에 영향을 주게 된다. 분말립도와 성형압력에 따르는 Zn K_{α} 선의 형광세기변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 분말립도가 커짐에 따라 성형압력이 작

을 때에는 X선형광분석기에서 약간의 차이가 생기지만 성형압력이 증가함에 따라 그 차이는 점차 줄어들며 10t/cm^2 이상에서는 거의 일치한다는 것을 알 수 있다. 그러므로 실험에서는 시료의 립도를 $75\mu\text{m}$ 이하, 성형압력을 10t/cm^2 로 보장하였다.

최적정량조건 토양속의 Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb 원소들의 정량을 위하여 X선형광분석기의 X선관전압과 전류를 각각 50kV, 50mA로 보장하고 우와 같은 조건에서 준비한 측정시편에 대한 최적정량조건을 검토한 결과는 표 1과 같다.

대상물분석 최적정량조건에서 X선형광분석기로 대상시료를 10번 반복측정한 결과와 원자흡광분석(AAS)결과를 비교한 자료는 표 2와 같다.

표 2에서 보는바와 같이 X선형광분석과 원자흡광분석결과의 상대오차는 0.89~3.20%이다.

표 1. 토양속에서 몇가지 성분들의 정량을 위한 최적정량조건

원소 분석선	봉우리 $2\theta(^{\circ})$	배경 $2\theta(^{\circ})$	
		B1	B2
Cr K_{α}	69.33	67	71
Ni K_{α}	48.65	45	52
Cu K_{α}	45.01	43	47
Zn K_{α}	41.78	39	44
As K_{α}	33.99	30	37
Pb L_{α}	33.92	31	36

표 2. 시료의 대비분석결과(%)

측정성분	AAS	XRF	상대오차
Cr ₂ O ₃	0.008 3	0.008 2	1.20
NiO	0.004 6	0.004 5	2.17
CuO	0.004 1	0.004 0	2.43
ZnO	0.108 0	0.107 0	0.93
As ₂ O ₃	0.003 2	0.003 0	3.20
PbO	0.011 4	0.011 3	0.89

맺 는 말

토양속의 몇가지 오염성분들의 정량에 영향을 미치는 X선관전압과 전류, 점결제의 종류와 함량, 분말립도와 성형압력의 영향을 검토하였으며 최적정량조건에서 X선형광분석법으로 토양시료를 정량하였다.

최적정량조건은 X선관전압 50kV, X선관전류 50mA, 립도 $75\mu\text{m}$ 이하, 성형압력 10t/cm^2 이며 점결제인 봉산은 시료량의 10%이다. 토양시료에 대한 XRF와 AAS의 상대오차는 0.89~3.20%이다.

참 고 문 헌

- [1] Tania Radu et al.; Journal of Hazardous Materials, 171, 1168, 2009.
- [2] Takao Moriyama; The Rigaku Journal, 29, 1, 27, 2013.
- [3] R. Sitko et al.; Polish Journal of Environmental Studies, 13, 1, 91, 2004.

주체108(2019)년 1월 5일 원고접수

Simultaneous Determination of Some Pollution Elements in Soil by X-Ray Fluorescence Spectrometry

Han Hyok Sim, Kim Sung Yong

We established the determination method of some pollution elements by X-ray fluorescence spectrometry. We investigated the influences of voltage and current on X-ray fluorescence intensity and the binder in powder pressed method. The optimum determination conditions are as follows: the X-ray tube voltage is 50kV, the X-ray tube current is 50mA, the grain size is below 75 μ m, the molding pressure is 10t/cm² and boric acid as binder is 10% of sample amount. The relative error of XRF and AAS is 0.89~3.20% in soil samples.

Key words: X-ray fluorescence spectrometry, soil, pollution