

불길광도계의 제작과 분석특성에 대한 연구

한 광 혁

경애하는 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구기관들과 교육기관들에서 현대적인 검사기술수단, 계량계측수단들을 연구 개발하기 위한 사업을 추진하면서 다른 나라들과의 교류와 협조를 통하여 발전된 검사수단들을 적극 받아들이도록 하여야 합니다.》

세멘트, 건재 및 비료공업부문에서 원료와 제품속의 칼리움과 나트륨을 신속히 분석하는것은 매우 중요한 문제이다. 이 원소들은 주로 원자발광분석법[1, 5] 특히 불길광도법[3, 4]에 의하여 분석하였는데 불길광도계에 대한 연구는 장치의 컴퓨터결합[2]에 국한되어있다.

본문에서는 알카리, 흙알카리원소분석에서 위력한 수단으로 되는 불길광도계를 새로 설계제작하고 분석특성을 평가하였다.

1. 불길광도계의 구성체계

불길광도계의 구성체계는 그림 1과 같다.

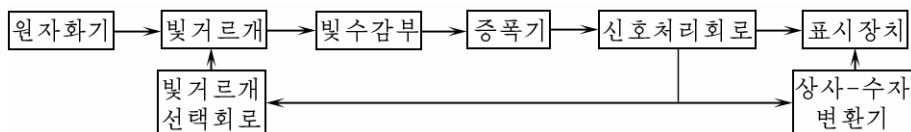


그림 1. 불길광도계의 구성체계

그림 1에서 보는바와 같이 불길광도계는 원자화기와 빛거르개, 빛수감부, 증폭기, 빛거르개선택회로, 상사-수자변환기, 표시장치로 구성되였다.

알카리금속원소들은 이온화에너지가 낮기때문에 불길속에서 쉽게 이온화되는데 불길의 온도가 높을수록 이온화도는 커진다. 따라서 이온화간섭이 쉽게 일어나는데 이것을 작게 하기 위해 온도가 비교적 낮은 프로판-공기불길을 리용하였다. 빛거르개로는 Na와 K에 대하여 중심파장이 각각 589.8, 766.4nm이고 반치폭이 각각 16, 15nm인 간섭빛거르개를 리용하였으며 이것은 빛거르개선택회로에 의해 자동적으로 선택된다. 빛수감부(빛2극소자)에서 얻어지는 신호는 증폭기에서 증폭되어 수자신호로 변환된 다음 해당한 연산을 통해 신호값 혹은 농도값으로 현시된다.

2. 불길광도계의 제작

그림 1과 같은 구성체계에 기초하여 불길광도계를 제작하였다.

원자화기 원자화기는 불길에 시료용액을 안개모양으로 뿜어넣어 원자화하는 역할을 한다. 새로 제작한 불길원자화기는 크게 버너와 분무기로 이루어졌다. 우리는 불길이 매우 안정하고 분석의 재현성이 좋은 미리혼합식버너형식으로 제작하였다.

불길원자화기의 구조는 그림 2와 같다.

분무기의 설계 및 특성검토 분무기는 시료의 안개화를 최대로 보장하면서도 불길의 안정성을 보장하고 류량이 적은 경우에도 시료흡입이 잘 되도록 설계제작하였다. 여기서 기본은 분무기출구의 내경과 시료흡입관의 외경사이 간격을 잘 조절하는것이다.(그림 3)

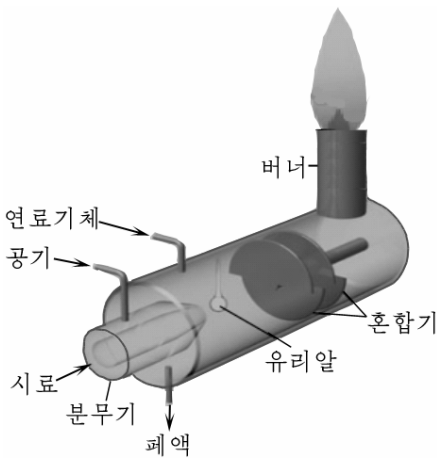


그림 2. 불길원자화기의 구조

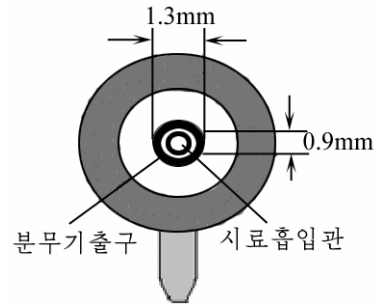


그림 3. 분무기의 정면도

분무기출구의 내경이 각각 1.3, 1.1, 1.0mm이고 시료흡입관의 외경이 각각 0.6, 0.9mm일 때 분무기의 시료흡입량과 분무효과, 불길안정성을 관찰하였다.(표 1)

표 1. 분무기의 시료흡입량과 분무효과, 불길안정성

시료흡입관의 외경/mm	분무기출구의 내경/mm	시료흡입량/(L·min ⁻¹)	분무효과	불길 안정성
0.6	1.3	8~9	일반	불안정
	1.1	10~11	안개화	불안정
	1.0	—	—	—
0.9	1.3	9~10	안개화	안정
	1.1	—	—	—
	1.0	—	—	—

표 1에서 보는바와 같이 분무기출구의 내경과 시료흡입관의 외경차가 0.4mm일 때 분무효과가 제일 좋았다.

위의 결과로부터 분무기출구내경을 1.3mm로, 시료흡입관외경을 0.9mm로 정하였다. 신호증폭회로 증폭기의 귀환저항에 따르는 수감부전압측정대역은 표 2와 같다.

표 2. 증폭기의 귀환저항에 따르는 수감부전압측정대역

No.	증폭기의 귀환저항/kΩ	수감부전압측정대역/mV
1	1	1 250~4 999
2	40	125.0~1 249
3	200	50.00~124.9
4	1 000	0~49.99

불길광도계의 신호증폭회로는 그림 4와 같다.

증폭회로는 고성능연산증폭기 CA3140과 LM358A를 리용하여 2단으로 구성하였으며 출구전압이 0~4 999mV사이에서 변하도록 증폭도가 자동적으로 선택된다.

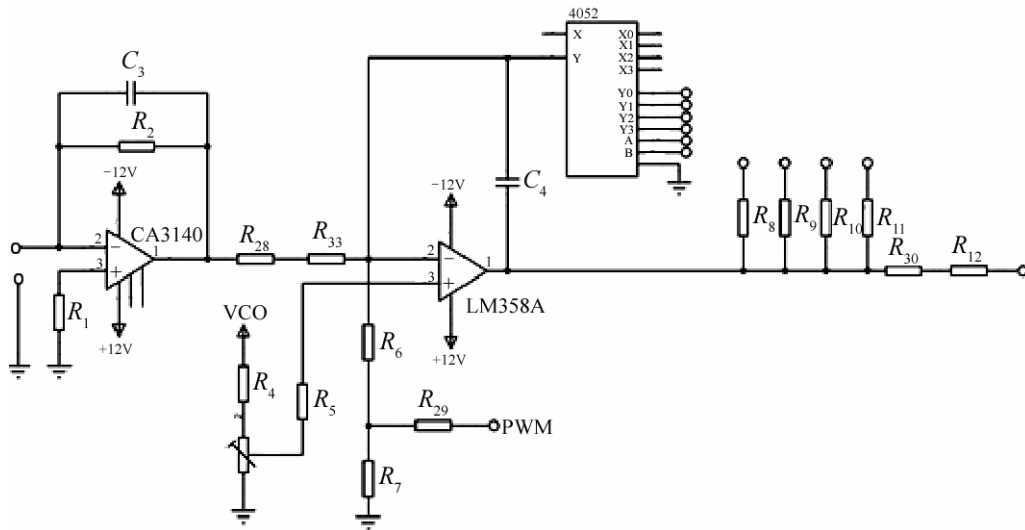


그림 4. 불길광도계의 신호증폭회로

분석프로그램작성 신호측정 및 계산을 위한 한소편컴퓨터분석프로그램을 새롭게 작성하였다. 프로그램의 알고리즘은 그림 5와 같다.

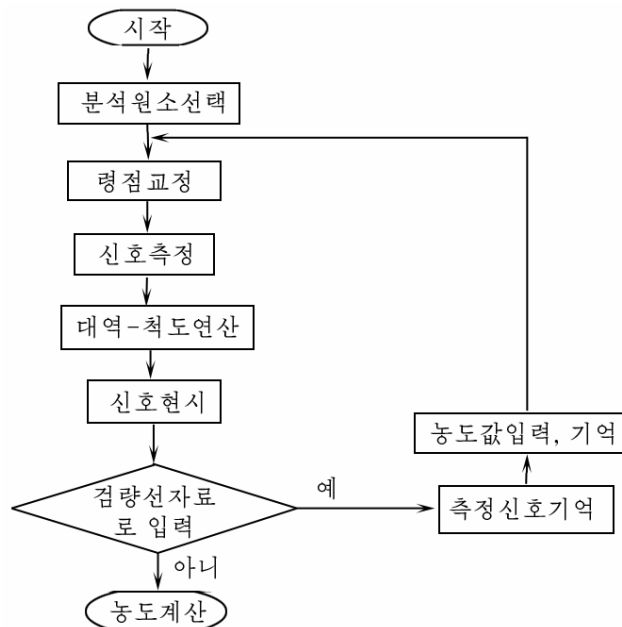


그림 5. 프로그램의 알고리즘

3. 불길광도계의 분석특성

먼저 불길광도계의 측정신호(수감부의 증폭된 전압)의 안정성을 평가하였다. 안정성은 2mg/L K와 6mg/L Na의 혼합용액을 리용하여 1min간격으로 측정한 장치의 신호값(I)과 초기값(I_0)사이의 최대편차값(ΔI)을 계산하여 신호의 상대최대변화량으로 평가하였다.(그림 6) 신호의 상대최대변화량 $R(\%)$ 는 다음식으로 계산하였다.

$$R = \frac{|\Delta I|}{I} \times 100$$

식에서 $\Delta I = I - I_0$ 이다.

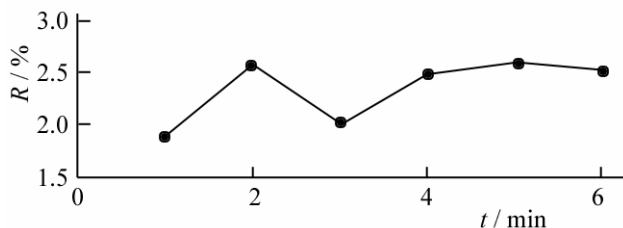


그림 6. 불길광도계의 안정성평가곡선

그림 6에서 보는바와 같이 측정신호의 상대최대변화량은 3%이하이다.

또한 같은 표준용액에 대한 측정을 반복하여 신호값들의 상대표준편차를 계산하여 불길광도계의 정밀도를 평가한 결과 K와 Na에 대하여 각각 2.87, 2.62%이다.

Na표준용액계렬을 리용하여 새로 제작한 불길광도계의 사용구간을 결정한 결과 K에 대하여 0~40mg/L, Na에 대하여 0~50mg/L의 농도범위에서 선형성이 만족되었다. Na와 K의 검량선은 그림 7과 같다.

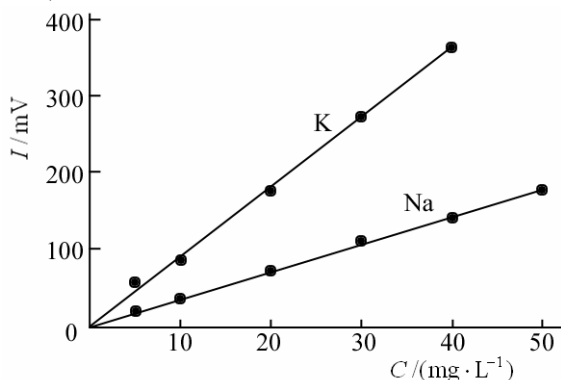


그림 7. Na와 K의 검량선

그림 7에서 Na의 회귀방정식은 $I_{Na} = 3.517C_{Na} + 1.286$ 이며 K의 회귀방정식은 $I_K = 9.047C_K + 0.908$ 이다.

새로 제작한 불길광도계를 리용하여 검량선법으로 K와 Na의 표준혼합용액에서 Na와 K를 분석한 결과를 불길광도계 《FLAPHO-4》를 리용한 분석결과와 비교하였다.(표 3)

표 3. 분석결과

표준용액의 농도/(mg·L ⁻¹)	Na				K			
	불길광도계		FLAPHO-4		불길광도계		FLAPHO-4	
	측정값/ (mg·L ⁻¹)	상대오차/ %	측정값/ (mg·L ⁻¹)	상대오차/ %	측정값/ (mg·L ⁻¹)	상대오차/ %	측정값/ (mg·L ⁻¹)	상대오차/ %
5	4.88	2.4	4.92	1.6	5.13	2.6	5.09	1.8
10	10.21	2.1	9.87	1.3	10.16	1.6	10.12	1.2
20	20.55	2.7	20.42	2.1	20.48	2.4	20.31	1.6

표 3에서 보는바와 같이 오차범위안에서 FLAPHO-4형 불길광도계에 의한 측정값과

일치한다는것을 알수 있다.

맺 는 말

알카리, 흙알카리원소분석에서 위력한 분석수단인 불길광도계를 설계제작하고 특성을 평가하였다. K와 Na에 대하여 선형측정범위는 각각 0~40, 0~50mg/L이고 상대표준편차는 2.87, 2.62%였다.

참 고 문 헌

- [1] 안룡남 등; 원자력, 3, 30, 주체101(2012).
- [2] 최성권 등; 분석, 3, 28, 주체103(2014).
- [3] I. Tetsumaru et al.; Geochemical Journal, 30, 31, 1996.
- [4] N. L. Christopher et al.; Journal of Chemical Education, 90, 372, 2013.
- [5] C. S. Seney et al.; Journal of Chemical Education, 82, 1826, 2005.

주체110(2021)년 4월 5일 원고접수

On the Manufacture of Flame Photometer and Its Analytical Characteristics

Han Kwang Hyok

We manufactured the flame photometer, the powerful analytical tool of alkaline and alkaline earth element, and evaluated its characteristics. For K and Na, the linear measurement ranges were 0~40 and 0~50mg/L and the relative standard deviations were 2.87 and 2.62%, respectively.

Keywords: flame photometer, natrium, potassium