

공기중 석면섬유의 측정

가톨릭의대 이 광 목

(계속)

2. X-선 회절(回折)분석법

2.1 원리

광물에 X-선을 조사하면 광물의 결정구조에 유해하는 특징적인 회절이 생긴다. 이 회절도형을 해석하면 광물의 종류를 판정할 수 있다. 또, 회절선의 강도는 그 광물량과 관계가 있으므로 회절선의 강도를 측정하여 시료중의 광물을 정량할 수 있다.

일반적으로 X-선 회절분석법에서 널리 이용되고 있는 내부표준법과 표준첨가법에 의한 석면분진을 정량하는 데는 통상 석면함유율이 수% 이상(기질에 따라 다르다)이 되는 분진으로 100~500mg의 총분진이 필요하다. 작업환경중에는 이와 같은 다량의 분진을 부유분진으로 포집하는 것이 곤란할 때가 많다. 따라서, 작업환경중의 석면분진농도를 측정하는 데는 다음의 기저표준흡수보정법(基底標準吸水補正法)을 이용한다.

2.2 석면분진의 정성분진

X-선분말회절계로 석면분진의 회절도형을 기록한다. 각각의 석면에 대한 특유한 회절도형이 얻어지므로 표준시료의 자료와 대조하여 석면의 종류, 대략의 X-선회절강도를 구할 수 있다. 정성에 이용하는 시료를 만드는 데, 석면원

료와 석면제품등의 경우는 이것을 분쇄하여 X-선 회절용 시료판(Al제품 또는 유리제품)에 채우는 간단한 조작이다.

석면분진의 경우, 섬유상 결절에 유래하는 배향(配向)효과때문에 시료입자의 크기와 시료채우는 방법에 따라 큰 변화가 있는 수가 있다. 따라서 표준석면자료와 피검시료의 자료를 비교할 때 양자의 회절강도는 크게 다를 수가 있다는 것을 항상 염두에 두는 것도 정성분석에서 중요하다.

2.3 석면분진의 정량분석

2.3.1 원리(기저표준흡수보정법)

시료에 입사된 X-선은 시료의 흡수에 따라 X-선 회절강도가 감쇠하므로 순수한 석면을 이용해서 만든 검량선(표준검량선)과 석면이 혼재하고 있는 통상의 시료에서는 X-선의 흡수영향이 다를 수 있다. 즉 시료의 석면함유율의 대소에 의해 matrix(基質)에 의한 흡수의 영향도 변하므로 회절강도로부터 검량선을 이용하여 구한 석면의 양은 시료중에 함유되어 있는 진짜 석면양과 다르게 된다. 이러한 시료의 흡수영향을 기저표준물질의 회절강도의 변화를 구해 보정하여, 석면함유율의 대소에 관계없이 순수한 석면으로 만든 검량선을 그대로 이용하도록 만든 방법이 기저표준흡수보정법이다.

2.3.2 시약

(1) 표준석면 : 크리소타일, 아모사이트, 크로시

도라이트

(2) isopropyl alcohol(isopropanol)

(3) sprayer

2.3.3 장치 및 기구

(1) 뉴클리포아 필터(nuclepore filter : pore size 0.4 μ m, diameter 25mm)

(2) 멤브레인 필터(pore size 3 μ m, diameter 25mm)

(3) 여과포집장치 : 200W 출력의 흡인 펌프, 필터 홀다, 유량계, 타이머 등

(4) X-선 분말회절 장치

(5) 유리기구, 흡인여과기 등

2.3.4 방법

(1) 표준검량선 만들기

10 μ g ~ 100 μ g까지, 10단계 정도의 표준석면분말을 뉴클리포아 필터에 흡인하여 여과포집한다. 미리 회절선강도를 측정해 둔 아연판에 직접 장착시켜 각 석면고유의 회절선의 강도를 측정해서 회절선강도 대 질량의 표준검량선을 만든다.

표준석면 10mg을 평량하여 isopropyl alcohol에 분산시켜 1 L 메스플라스크를 이용하여 1 L가 되게 한다. 이 현탁액중의 석면 농도는 10 μ g/ml이다. 이 현탁액을 1, 2, 3, 5, 10, 20, 30, 50, 70, 100ml을 100ml conical beaker에 각각 취하여 약 50ml 정도의 이소프로필알콜로 뉴클리포아 필터에 흡인여과하여 포집한다. 이 시료를 표준으로 아연판에 접촉시켜 회절선강도를 측정하여, 그 질량을 여과면적당으로 표시하여 검량선을 만든다.

(2) 시료의 채취 및 처리

석면취급작업장의 부유석면분진은 뉴클리포아 필터를 이용하여 포집한다. sampling은 low volume air sampler를 이용하여 4~10 1/분의 유량으로 1~2시간 흡인한다. 필터의 압력손실이 크므로 포집시 펌프의 과열, 유량저하 등에 주의하여야 한다. 작업환경중의 석면농도가 비교적 높다고 생각될 때에는 포집시간을 짧게 한다. 필터를 떼어낼 때 분진의 탈락에 주의한다.

석면분진을 포집한 필터를 미리 회절선강도를

측정해 둔 아연판에 접촉시킨다.

(3) 정량

필터에 포집한 분진은 X-선 분말회절계에서 먼저 정성분석한다. 석면의 유무와 석면의 종류를 확인하고, 그 석면의 정량에 이용할 회절선에 matrix의 회절선이 중복되어 방해받지 않는가를 조사한다.

회절선강도는 통상적으로, 연속스캔(連續 scan)법 또는 삼각근사(三角近似)법으로 측정된 회절피크면적강도로 충분하지만, 석면함유율이 낮은 경우 또는 포집시료량이 적은 경우에는 step scanning법으로 회절선강도를 구하는 것이 좋다. 이 경우 검량선도 같은 방법으로 회절선강도를 측정해 두어야 한다.

(4) 계산

흡수보정강도(吸水補正強度, I_c)는 측정강도(I)에 보정계수(K_f)를 곱하여 구한다.

$$I_c = K_f \cdot I$$

보정계수는 다음의 식에서 구한다.

$$K_f = \frac{-R\theta \ln(\Delta R_i)}{1 - (\Delta R_i)^{R\theta}}$$

단, $R = \sin \theta_{zn} / \sin \theta_m$ (아연과 석면의 회절각의 정현비(正弦比)), 여기서 θ_{zn} 은 아연, θ_m 은 석면의 각 정량용 회절선의 회절각 (2θ)의 반(값)을 의미한다. ΔR_i 는 시료에 의한 X-선흡수율로 기저표준물질, 이 경우는 아연판의 필터 시료장착 전후의 회절강도비를 나타낸다.

각 시료의 I_c 를 검량선과 대비하여 석면의 질량을 구한다.

예를 들면, 그림의 크리소타일의 검량선에서는 (002)와 (004)는 각각 $y=44x$, $y=30x$ 이므로 (002)의 I_c 가 만약 2000 count인 경우.

$2000/44 \approx 45 \mu\text{g}/2\text{cm}^2$ 이 된다.

채취한 시료공기량이 0.48 m^3 이었다면, 환경중의 크리소타일의 농도는 $45(\mu\text{g}/2\text{cm}^2) \div 0.48(\text{m}^3/2\text{cm}^2) \approx 93.7(\mu\text{g}/\text{m}^3)$ 이 된다.

일반적으로, 면적 $a(\text{cm}^2)$ 의 필터상의 석면질량 $m(\mu\text{g})$ 을 검량선에서 구해, 유효여과면적 $A(\text{cm}^2)$ 와 포집공기량 $Q(\text{m}^3)$ 와를 다음식에 대입해서 환경중의 석면분진농도를 계산한다.

$$C = \frac{mA}{aQ}$$

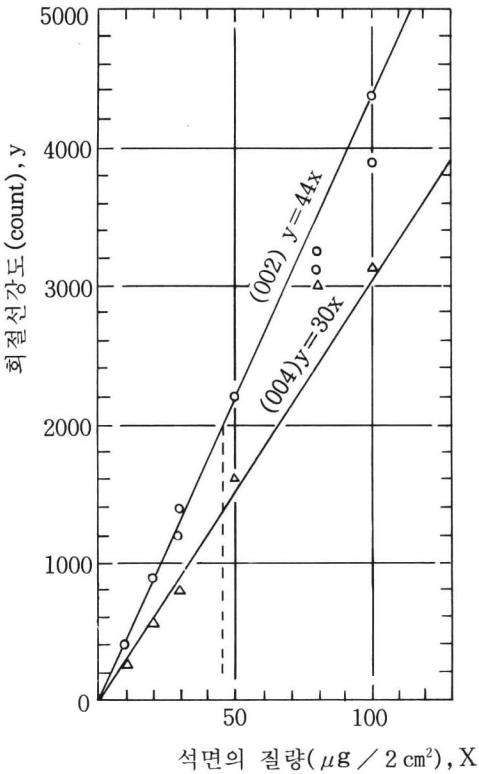


그림. X선 회절법 용검량선

2.4 X-선 회절분석법의 일반적 주의사항

(1) 회절강도의 재현성...결정분말의 경우, 입

경(粒徑)은 회절강도의 재현성에 크게 영향을 미친다.

(2) 시료배향성(配向性)의 영향...시료가 최대 회절강도를 나타내는 범위내로 만들어졌어도 입자의 형태가 판상 또는 섬유상이나에 따라 포집시 일정한 방향으로 나열되기 쉽다. 그 결과, 일정한 방향으로 배향된 면으로부터의 회절선강도는 과도하게 관찰된다. 이처럼 배향성이 강한 시료에서는 측정을 반복하면 정도(精度)가 낮아진다. 배향성의 영향을 배제하기 위해, 여러가지 특수한 시료 홀다나 방법이 고안되어 있다.

(3) matrix성분 물질의 조건...기저표준흡수보정법으로 정량범위등을 알기위한 검량선용 표준시료로 이용하는 matrix에는 가능하면 질량흡수계수가 큰 것을 쓰는 것이 무난하다.

(4) 회절선 강도의 측정방법...X-선 회절에 의한 정량분석에서는 정확한 회절선강도의 측정이 중요하다. 회절선 강도는 시료간에 회절선의 profile(회절선의 대칭성, 반가폭(半價幅)등에 차이가 없는 경우에는 회절선의 높이로 표시하는 수가 있지만, 일반적으로 시료간에 결정도(結晶度)등의 차이가 있으므로 적분강도(積分強度: 회절선의 면적 강도)로 표시한다.

적분강도의 측정법은, chart상에 기록된 회절 pattern으로부터 구하는 방법과 장치에 내장된 computer에 의해 지정된 범위의 회절선의 적분 강도를 자동적으로 계수하는 방법이 있다.

