

XRF를 이용한 지질시료 조성 분석

박은주¹, 김성일²

¹ 기초과학지원연구소 서울분소

² Philips 송지산업

XRF (X-ray Fluorescence Spectrometer)를 이용하여 암석이나 퇴적물 등 지질시료의 주성분을 정량하는 새로운 분석프로그램 작성을 위해 감도를 높이고 통계오차를 줄이는 작업을 하였다. 본 작업에서는 Philips X40UU software로 3개의 표준시료 (Standard Reference Material)를 분석하여 각 원소의 결과를 검토하였다. SRM G2 (granite)는 SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, K₂O, Na₂O 분석용으로, BS101 (Basic slag)은 CaO, MnO, P₂O₅ 분석용으로 그리고 NIMP-80 (mixture of Pyroxenite and SiO₂)는 MgO 분석에 이용하였다.

원소별로 X-ray power, detector type, collimator type, pulse-height distribution, offset 2θ angle등을 결정하여 적정 분석 조건을 찾는 작업을 통해 intensity를 4-5배 가량 높이면서 감도(count rate per %)를 향상시키고 background를 낮추었으며 % relative CES (counting statistical error)가 0.3% 이하가 되도록 원소별 분석시간을 정하였다. 또한 기기의 drift correction을 위해 granite 암편으로 제작한 모니터 시료를 분석하였다.

SiO₂ 함량이 다른 4개의 SRM G2, MAG-1 (해저퇴적물), BHVO-1 (basaltic lava), NIM-P (pyroxenite)를 이 분석프로그램을 이용하여 정량한 결과에 의하면 원소별 검출한계 (Lower Limit of Detection)는 수 ppm에서 100ppm 그리고 % relative RMS는 0.5% 내외로 얻어졌다.

XRF 분석에 있어서 가장 중요한 glass bead 시료 제작 재현성 (sample preparation spread)은 두 개의 SRM을 각 10개 제작한 결과 0.2-1.0%로 얻어졌다. 그리고 서울분소에서 보유하고 있는 Philips PW1480 model의 기기 재현성을 측정하기 위해 4개의 SRM을 각 10회 분석한 결과 특별히 농도가 낮은 원소를 제외하고 instrumental spread는 0.3% 이하였으며 30일간 granite 암편으로 만든 모니터 시료를 측정하여 얻은 기기 안정도는 % relative RMS가 원소별로 0.5-1.5% 였다.