

X-선 형광분석기를 이용한 암석 내 Germanium 정량

박은주, 이소영

기초과학지원연구소 서울분소

Germanium이 건강 증진 및 질병 치유에 효과가 있다는 가설에 근거하여 Ge 광물이 함유된 지층이나 광맥을 찾는 작업이 최근에 증가하였으며 이에 따라 보다 신속하고 정밀한 분석 방법이 요구되고 있다. Ge은 암석이나 토양과 같은 자연 시료 내에 수 ppm의 낮은 농도로 존재하며 현재까지 ICP등 분광분석법으로 측정되고 있는데 기존의 산용액화 전처리 방법은 휘발이나 매질로 인한 간섭 현상으로 인해 문제점이 있었다. XRF를 이용한 Germanium 분석은 다른 분석법에 비해 시료전처리가 빠르고 용이하며 다양한 종류의 시료를 압축 성형한 pellet의 형태로 분석이 가능하다. 또한 기기 분석 재현성 (상대오차 1σ)이 농도 범위에 따라 0.5%-0.1% 이하로 다른 기기에 비해 월등하게 좋다.

본 발표를 위한 분석은 Philips PW1480 Sequential XRF에 Cr과 RhX-ray tube를 장착하여 사용하였으며 분석 조건은 60kV-40mA (2.4kW X-ray power), 2 pascal의 진공, LiF200 analyzing crystal, 24mm channel mask with 27mm sample mask, 700 μ m collimator, gas-flow 와 scintillation detector를 Tandem으로 사용하여 분석하였다. 2θ angle 36.420°에서 Ge K α line의 intensity를 peak와 background의 경우 각각 210sec 와 30sec 동안 counting하여 측정하였다. 표준시료로는 0.53%와 1.00% 농도 (wt.%)의 Chemplex multielement briquette 그리고 Spectroblend[®](C₇₅H₁₄O₇N₅) 50.00% 와 Lithium Tetraborate 50.00% (Li₂B₄O₇)를 혼합하여 만든 pellet을 blank로 분석하였다. 시료에 Indium 1.00%를 internal standard로 첨가하여 matrix에 의한 X-ray의 흡수 또는 증가 효과를 보정하였다. 시료와 binder (Spectroblend[®]) 그리고 Li₂B₄O₇는 각각 50:35:15의 무게비로 혼합되어 20ton/inch³ 압력하에서 약 3-5분간 pellet으로 조제되어 분석 직전 까지 desiccator에 보관되었다.

Ge 함량이 다른 2개의 표준 시료 BIR-1 (Island basalt), SGR-1 (Green River Shale)와 시판되는 맥반석 시료를 이 분석프로그램을 이용하여 정량한 결과에 의하면 감도는 Rh X-ray tube를 사용했을 경우 약 90 kcps/%, 기저값은 0.1 kcps 이하였으며 검출한계는 0.2 - 1.0ppm으로 계산되었다. 그리고 연속 3회 또는 10회 분석했을 때 상대오차는 0.3% 내외로 얻어졌다. XRF 분석에 있어서 가장 중요한 pellet 시료 제작 재현성 (sample preparation spread)은 두 개의 SRM을 각 10개 제작한 결과 약 0.5%로 얻어졌다. ICP-AES 및 ICP-MS 분석 결과와의 비교와 함께 XRF 분석의 장점 및 단점을 토의하고자 한다.