

X-선 형광분석기를 이용한 지질시료의 미량원소분석법

박찬수^{1*} · 윤철호¹ · 김성일² · 이재형³

¹ 기초과학지원연구원 유해물질분석팀(cspark@kbsi.re.kr)

² 송지산업

³ 화학시험연구원 유해성평가본부

토양이나 암석에 존재하는 미량 중금속 원소에 대해 X-선 형광분석기(XRF)를 이용한 정량분석을 시행하였다. 미량 중금속 원소의 정량분석에는 일반적으로 습식전처리를 거친 후 ICP나 AA에 의한 분석법이 일반적으로 널리 사용되고 있으나 매질의 특성상 비교적 긴 전처리 시간 및 저어콘 등 불용성 광물의 난분해성 등의 이유로 시료의 전처리에 상당히 숙련된 전문인력이 요구된다.

XRF법은 주로 지질시료의 주성분원소분석 및 경원소 분석에 장점을 가지고 있으나 점차 극미량원소분석을 제외한 미량원소분석에 대한 요구도 점증하고 있는 추세이며 최근의 장비 제작기술의 발전에 힘입어 카드뮴 등 유해원소의 분석에서 검출하한이 획기적으로 개선된 장비도 출시되고 있다. 또한 재현성이 좋은 분석 결과를 산출하여 고분자의 미량 첨가제 분석, 환경시료 내 염소 분석, 다양한 시료 내 할로겐 원소 분석에 적합하여 최근 EU를 비롯한 세계 각국의 환경 오염물질 규제에 따른 수입공산품 및 오염토양 등의 유해원소를 신속하게 비파괴적으로 분석하기 위해 활용도가 높아지고 있는 분석기술이다.

본 실험에서는 분말상의 시료에 대해 가압성형법에 의해 디스크 형태의 시편을 제작하여 X-선 형광분석을 실시하였다. 표준시편은 liquid binder (CHEMPLEX[®], CAT No. 800)와 시료를 혼합한 후, 3 ton/cm²의 압력으로 3~5분간 가압하여 두께 약 5mm, 지름 40mm 크기로 제작하였다. 제작된 디스크를 이용해 바탕값 측정, 원소간 선간섭 보정 및 기질효과 보정을 실시하여 원소별 검정곡선(calibration curve)을 작성하였다. 검정곡선을 작성하기 위해 미국 지질조사소(USGS)에서 시판하는 총 9종의 암석 SRM을 사용하였으며 분석에 사용된 장비는 파장분산형 XRF(wavelength dispersive XRF)이다.

작성된 검정곡선을 이용하여 2종의 시료에 대해 분석정확도와 재현성을 검토하고 ICP 분석결과와 비교하였다. 또한 암석별로 편차가 심한 바탕값의 차이와 매질 효과를 보정해 주는 최근에 개발된 지질시료의 미량원소분석 전용프로그램을 이용한 분석결과와도 상호 비교하여 보았다.