

정밀거리측정기를 이용한 Laser Induced Breakdown Spectroscopy 정량분석 신뢰성 향상

김동선*, 한보영, 박세환, 구정희

한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 989번길 111

*kdshwee@kaeri.re.kr

1. 서론

본 논문은 LIBS(Laser Induced Breakdown Spectroscopy)방법을 이용한 UCl_3 의 정량적 분석 오차율을 줄이는 방법 연구를 서술하였다. 측정오차를 줄이기 위해 정밀거리측정기를 이용하여 초점거리변화에 따른 결과를 확인하였고, 이 결과를 바탕으로 지점마다 초점거리를 보정하였다. motorized translation stage를 이용하여 동일 지점이 아닌 이동하면서 여러 다른 지점을 스캔하도록 실험하였고, 동시에 초점거리도 확인하여 일정 오차범위 내 결과를 분석하였다.

2. 본론

2.1 시료 제작 및 실험

실험에 사용한 시료는 $LiCl-KCl-UCl_3$ 의 조성에 UCl_3 10, 0wt% 비율로 제작하였다. Nd:YAG laser(Brilliant b _ Quantel)의 532 nm파장을 이용하였고 한 pulse 당 25 mJ의 에너지로 실험하였다. 초점거리 보정을 위해 0.2 μm 분해능을 갖는 정밀거리측정기(LK-G80_KEYENCE)를 사용하여 실시간으로 확인하였다.(Fig. 1 참조)

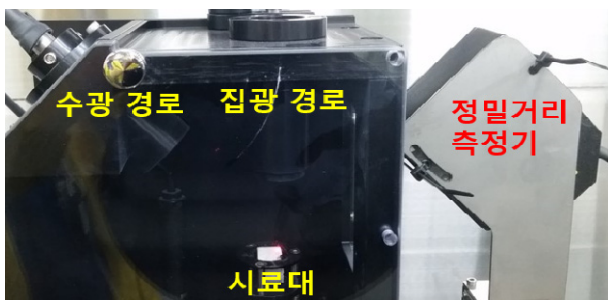


Fig. 1. Experiment with precision rangefinder.

2.2 시료거리 변화에 따른 결과

실험에 신호측정의 용이함을 위해 $LiCl-KCl$ 에 UCl_3 이 포함되지 않은 시료를 사용하였다. Fig. 2에서 'z'축(lens-시료 수직축, light path)의 거리를 100 μm 씩 변화시키면서 신호를 측정하는 결과를 보

여주며, 가장 큰 신호를 중심으로 시료까지 거리가 $\pm 200 \mu m$ 이상 멀어지면 오차율이 커짐을 알 수 있었다. 따라서 LIBS 실험 전에 시료거리를 가장 큰 신호 위치로 보정할 필요가 있으며 새로운 지점에서 측정 시 보정된 값에 맞춰 실험하였다.

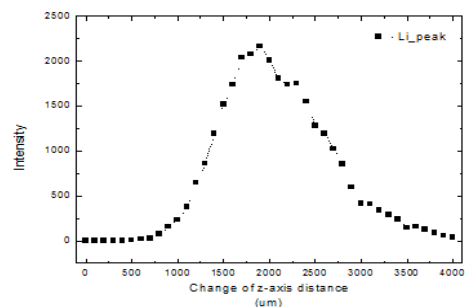


Fig. 2. measurement results of the z-axis change.

2.3 시료거리 보정 및 지점에서의 실험 결과

시료거리 보정을 위해 'z'축을 큰 쪽에서 작은 쪽으로(200 $\mu m > 50 \mu m$) 신호가 가장 큰 위치를 찾은 뒤 거리측정기로 영점조절 하였다. LIBS 특성상 한 지점에서 실험을 반복했을 경우 일정횟수 이후 시료의 표면상태가 변해 신호가 약해지므로 시료표면(x,y-axis)에서 x-axis를 일정간격으로 이동하며 실험을 진행하였고 실험 결과, 같은 시료거리에서도 신호가 약간씩 다를 수 있었다. (Fig. 3 참조) 한 지점에서의 결과는 성분 분포의 오차에 의해 시료 전체의 결과와 다를 수 있으며 여러 지점의 실험결과가 필요하다. 따라서 시료의 한 지점이 아닌 선, 면을 측정하였다.

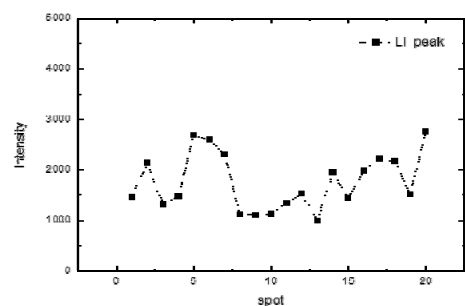


Fig. 3. determined in a distance calibration spot.

2.4 선으로의 측정과 시료거리

두 개 이상의 peak 비율을 통해 다른 요인의 영향을 줄이고 시료거리의 오차영향을 확인하기 위해 UCl_3 10wt% 시료를 사용하였다. motorized translation stage을 이용하여 시료를 이동시키면서 LIIBS실험을 진행하였고, 동시에 정밀거리측정기로 시료거리를 실시간으로 기록하였다. 한 지점에서의 실험값과 선에서의 실험값을 비교하였고 선으로 측정했을 때 U/Li 오차율이 낮아짐을 확인하였다. 실시간 거리 측정으로 시료 표면의 높낮이 상태를 알 수 있었으며 앞에서 실험한 결과에 따라 초점거리에서 $\pm 200 \mu m$ 차이가 나는 결과값을 배제하면 Li/U 오차율을 더 낮출 수 있다.

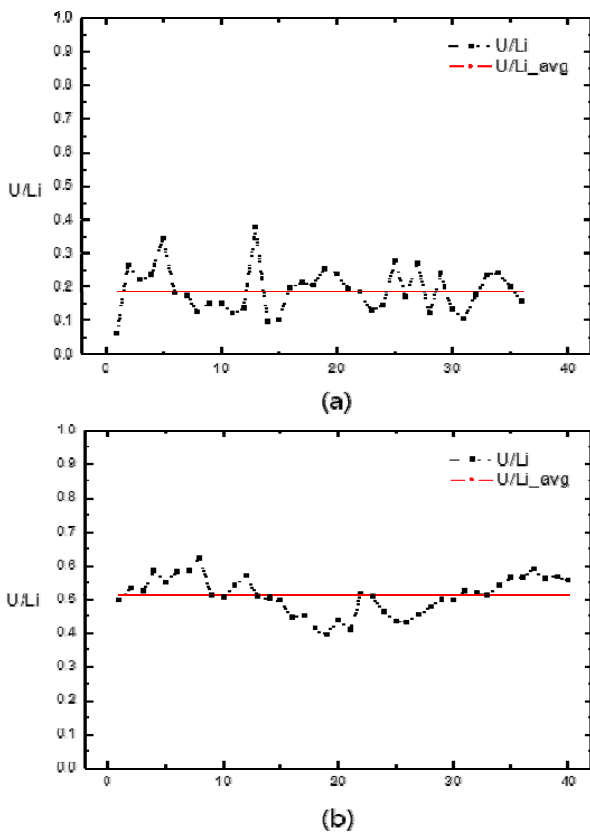


Fig. 4. (a) average & rate of U/Li at spot
(b) average & rate of U/Li at line.

Table 1. average & error rate of U/Li

	지점	선	$\pm 200 \mu m$ 이상 배제
U/Li 평균	0.19	0.51	0.53
오차율 ($\frac{\text{평균}}{\text{표준편차}}$)	36.2%	10.8%	7.2%

3. 결론

시료 표면의 상태가 매끄럽지 못한 경우 시료거리를 보정해야 오차율을 낮출 수 있고 시료 표면에만 지점이 아닌 전체(선, 면)를 측정하여 지점마다의 오차를 줄이고 평균값을 얻을 수 있었다. 선으로의 측정과 동시에 초점거리를 보정한다면 더 낮은 결과값을 얻을 수 있고 LIBS 실험을 이용한 정량분석 오차율도 줄일 수 있다.

4. 참고문헌

- [1] P. Fichet, P. Mauchien, C. Moulin, "Determination of impurities in uranium and plutonium dioxides by laser induced breakdown spectroscopy", Appl. Spectrosc., 53 (1999), pp. 1111-1117.
- [2] Rosemarie C. Chinni, David A. Cremers, Leon J. Radziemski, Melissa Bostian, Claudia Navarro-northrup "Detection of uranium using laser-induced breakdown spectroscopy" Appl. Spectrosc., 63 (2009), pp. 1238-1250.