

## Application

## News

# No.X275K

X선 분석  
X-ray Analysis

### EDX를 통한 식품원료중 나트륨 정량분석

식품원료에 함유되는 미네랄 성분이나 염분의 원소분석은 일반적으로 원자흡광광도법(이하 AA)이 사용됩니다. AA로 고형물이나 분말을 분석할 때는 산을 가한 가열분해처리법 등의 화학적 전처리가 필요합니다. 한편, 형광X선분석법은 고체, 분말, 액체 상태 그대로 간편한 전처리를 통해서 측정할 수 있어, AA의 대체법으로 채용·검토가 이루어지고 있습니다.

AA를 통해서 공정관리를 하고 있는 식품원료 분말중 나트륨에 대해서, 에너지분산형 형광X선분석장치 EDX-8100을 이용해서 비교검토를 실시했습니다. 가압성형법(이하 프레스법)과 분말용기법(이하 분말법)의 두 종류의 전처리방법 모두에서 AA와 일정 상관관계를 얻을 수 있었습니다.

T. Nakao, H. Nakamura

#### ■ 원소

Na

#### ■ 시료

고체 식품원료를 분말화한 것

(1) 검량선시료 : 2.67%, 11.56%, 20.21% (AA분석값)  
각 1점으로 3수준

(2)미지시료 : 1종류로 ①, ②, ③ 3점 제작

#### ■ 시료 전처리

이하의 2종류의 방법으로 시료 전처리를 실시했습니다. (그림1)

##### (A) 프레스법

내경22mmφ의 PVC링에 시료를 넣고, 50kN, 30초로 가압성형했습니다.

##### (B) 분말법

두께 5um 폴리프로필렌필름을 깐 시료용기에, 시료 6g을 넣고, 간이 압축했습니다.



(A) 프레스법 (B) 분말법  
그림1 시료전처리(그림은 일례)

#### ■ 검량선

3수준을 각각 3회 측정하고, 합계 9점으로 검량선을 작성했습니다. 프레스법, 분말법의 검량을 overlay한 것을 그림2에 나타냈습니다. 감도는 프레스법이 분말법보다 약 3배 좋은 것을 알 수 있습니다. 정확도는 둘 다 양호합니다.

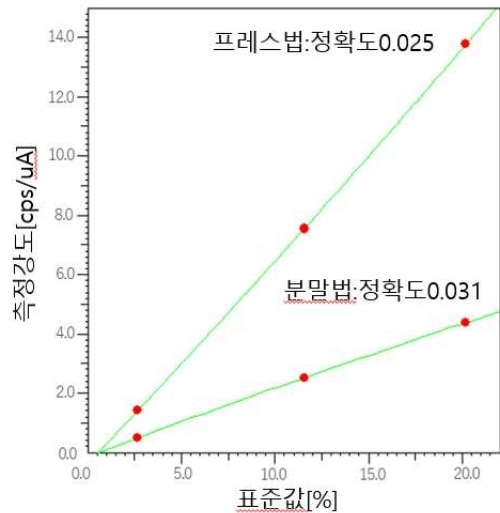


그림2 검량선

#### ■ 미지시료의 정량분석

미지시료 ①~③을 검량선에 대입해 3회 반복측정 했습니다. 결과는 AA분석값과 함께 표1에 정리하였습니다.

관리값은 하나의 예로서, AA분석값의 ±10%이내로 설정했습니다.

표1 미지시료의 정량분석결과, AA와 비교

단위[%]				
시료/반복	프레스법	분말법	AA	
①	1	6.54	6.33	6.45
	2	6.56	6.34	6.43
	3	6.56	6.36	6.45
②	1	6.42	6.15	6.40
	2	6.43	6.12	6.41
	3	6.40	6.13	6.29
③	1	6.42	6.08	6.33
	2	6.45	6.09	6.39
	3	6.41	6.05	6.37
평균값	6.46	6.18	6.39	
표준편차	0.07	0.12	0.05	
RSD[%]	1.05	1.99	0.08	
관리값	5.7~7.0			

#### <비고>

AA와의 비교는 프레스법, 분말법 모두 평균값의 차가 4%내외로 일치하였습니다.

측정오차를 고려해도 관리기준내의 값이라는 것을 알 수 있습니다.

■ 장치병행 정도

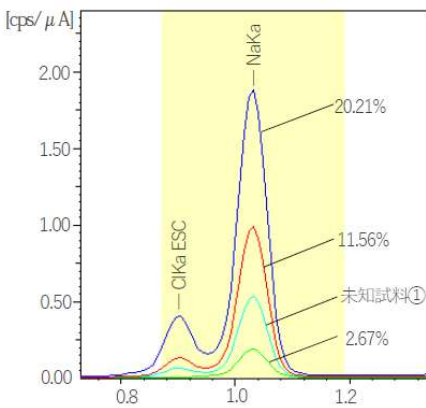
미지시료①을 10회연속분석한 결과를 표2에 정리하였습니다. 프레스법, 분말법 모두 RSD 0.5%이내로 매우 정도가 높습니다.

표2 미지시료①의 장치병행정도

n	단위[%]	
	프레스법	분말법
1	6.54	6.33
2	6.56	6.34
3	6.56	6.36
4	6.55	6.36
5	6.58	6.34
6	6.55	6.36
7	6.61	6.35
8	6.57	6.38
9	6.58	6.35
10	6.58	6.34
평균값	6.57	6.35
표준편차	0.02	0.01
RSD[%]	0.32	0.23

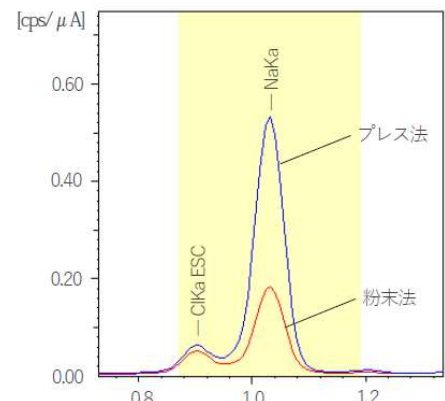
■ 스펙트럼

1. NaKa분석선 스펙트럼을 그림3, 그림4에 나타냈습니다.
  - 1) 프레스법의 검량선시료3수준, 미지시료①
  - 2) 프레스법, 분말법의 미지시료①
2. 공존원소 Cl의 영향, 강도계산
  - 1) 저에너지 쪽에 인접한 ClKa 이스케이프피크를 분리했습니다.
  - 2) 고에너지 쪽에 인접한 ClKb 이스케이프피크를 강도 중첩보정으로 뺐습니다.



검량선시료, 미지시료① (프레스법)

그림3 분석선 스펙트럼



미지시료①(프레스법과 분말법)

그림4 분석선 스펙트럼

■ 정리

- 식품원료중 나트륨의 정량분석에 있어 AA와 일정 상관관계를 얻을 수 있으므로, EDX 채용이 가능합니다.
- 전처리법은 함유량, 정도, 관리값, 편의성 등을 고려해서 적절한 방법을 선택할 수 있습니다. 표3에 그 내용을 정리합니다.
- EDX 사용(교체, 병용)으로 관리나 분석 순서의 간소화, 생산공장에 있어 설비 코스트 삭감에 유효하다고 생각합니다.

표3 프레스법과 분말법의 차이

전처리방법	프레스법	분말법
편의성	○ 가압성형기, 성형링 필요	◎ 필름을 깬 용기에 넣어서 분석
피크 강도	◎ 시료에 직접 X선이 조사. 감쇠 없음	○ 경원소는 필름에 의한 감쇠
정량하한 (참고)	0.035%~	0.067%

표4 측정조건

장비	: EDX-8100(8000), 12샘플러렛
원소	: Na
분석그룹	: 정량
검출기	: SDD
X-ray tube	: Rh 타겟
전압	: 15[kV]
전류	: Auto [uA]
콜리메이터	: 10[mmφ]
1차필터	: 없음
분위기	: 진공
적분시간	: 300[초]
데드타임	: 최대 30[%]