

Inductively Coupled Plasma법을 이용한 희토류원소의 분석에 관한 연구

崔範錫*¹ · 金善太 · 金永晚 · 李鍾旭

한국과학기술원 화학분석실

*경희대학교 자연대학 화학과

(1985. 1. 22 접수)

A Study on the Determination of Rare Earth Elements by Inductively Coupled Plasma Spectrometry

Beom Suk Choi*¹, Sun Tae Kim, Young Man Kim and Chong Wook Lee

Chemical Analysis Laboratory, KAIST, P.O. Box 131 Cheongryangri,

Seoul 131, Korea

*Department of Chemistry, Kyunghee University, Yongin 170, Korea

(Received January 22, 1985)

요 약. Inductively coupled plasma(ICP)법을 이용하여 희토류원소들을 정량분석할때 플라즈마 작동 조건이 미치는 영향에 관하여 연구하였다. 플라즈마 작동시 시료운반기체의 사용량을 증가시키면 희토류원소 스펙트럼선들의 검출한계는 낮아지나 이온화 방해 영향이 증가되었다. RF Power의 변화는 이온화 방해에는 큰 영향을 미치지 않지만 바탕세기에 대한 스펙트럼선 세기의 비율은 RF Power가 감소될수록 증가되었다. 플라즈마내에서 이온화 방해 영향이 작은 위치는 스펙트럼선의 spatial profile이 최대가 되는 부분보다 약간 높은 위치이었다. 희토류원소의 분석시 많이 이용되는 스펙트럼선들의 검출한계를 측정하고 비교적 간섭영향이 작은 스펙트럼선을 선정하였다.

ABSTRACT. The effect of plasma operational parameters for the determination of rare earth elements(REE) by means of inductively coupled plasma(ICP) spectrometry was investigated. While the increase in the flow rate of carrier gas argon enhanced the sensitivity and lowered the detection limit, significant ionization interferences were observed. The decrease in RF power increased the signal to background ratio. The observation point showing the lowest ionization interference was slightly higher than the position where the spatial profile of the analyte reached the maximum. The detection limits of the spectral lines commonly used for the determination of REE were measured and the spectral lines relatively free from spectral interferences were chosen.

서 론

희토류원소는 최근 첨단기술의 신소재로서 그 이용과 기능이 매우 다양하여 1981년 미국에서 개발된 신기술 100개중 4개가 이들을 이용한 것이라고 보고되어 있다.¹⁻³ 이와같은 희토류원

소들은 고순도의 순수 금속이나 산화물로서 이용되고 있으므로 이들의 분리, 정제기술이 필요하며 이를 뒷받침하기 위한 분석방법이 요구된다.

희토류원소들은 화학적 성질이 유사하므로 무게분석법이나 비색법 등으로는 분리정량이 곤란

하며, X-선형광법⁴, 중성자방사화 분석법⁵, 원자흡광법⁶ 등이 분석에 주로 이용되었다. 그러나 이들은 각각 낮은 감도, 공존원소에 의한 방해 영향, 분석시 신속성 결여 혹은 비싼 장비를 이용한다는 단점이 있다. 그러나 최근에 각광을 받기 시작한 ICP 법은 낮은 검출한계, 낮은 방해 영향, 분석시 신속성 등의 장점이 있어 주성분은 물론 극미량까지도 직접 분석이 가능하다. 특히 이 방법은 희토류원소의 정량에 아주 적합하며 최근 광석^{7,8}, 철강⁹, 그리고 고순도물질^{10,11}에서의 희토류원소 정량에 이용되고 있다. 그러나 초기에 발표된 바와는 달리 ICP 법에도 공존원소에 의한 방해영향이 있다고 발표되고 있으며 이와같은 방해영향은 플라즈마의 작동조건에 영향을 받는다고 보고되어 있다.^{12,13}

ICP 법을 이용한 희토류원소의 분석에 있어서 방해영향은¹⁴

- (1) 시료용액의 물리적 성질의 변화에 따른 nebulization 효과와 플라즈마내에서 에어로졸의 증발에 의한 물리적 방해영향,
- (2) 시료원자가 분자나 라디칼을 형성하여 시료원자중 자유원자의 감소로 인한 화학적 방해영향,
- (3) 플라즈마내 전자와 이온화된 시료원자간의 평형에 의한 이온화 방해영향,
- (4) 스펙트럼선간의 간섭 영향

으로 분류된다. 이와 같은 방해 영향중 물리적 방해 영향은 시료용액의 비중, 점성, 표면장력과 같은 시료용액의 물리적 성질이 표준용액과 크게 다르지 않는한 문제시되지 않으며, 또한 모나자이트와 같이 희토류원소들이 인산염으로 존재하는 경우에 원자흡광법은 인산염에 의한 화학적 방해영향을 받을 수 있는데 ICP 법에서는 불활성 기체의 높은 에너지를 사용하기 때문에 화학적 방해영향이 거의 없다.

현재 ICP 법에서의 이온화 방해영향은 플라즈마내에 생성된 전자의 영향으로 알려져 있을뿐 아직 방해 메카니즘은 정립되어 있지 않고 있다. 플라즈마내에 생성되는 전자의 수는 RF 주파수 RF 코일의 회전수와 같은 분석기기의 한정된 제한의에도 시료운반기체와 냉각기체의 사용량,

RF Power 등의 플라즈마 작동조건과 플라즈마의 위치(RF 코일부터의 높이)에 영향을 받게된다. 또한 희토류원소 분석시 알칼리용융과 같은 시료의 전처리 과정에서 이온화 에너지가 낮은 Na는 플라즈마내의 전자수를 증가시키므로 이온화 방해 영향을 일으킬 수 있으나 이에관한 체계적인 연구는 보고된 바 없다.

희토류원소의 분석에 이용하는 스펙트럼선은 원자흡광법과는 달리 ICP 법에서는 들뜸 에너지가 훨씬 높은 이온선(혹은 hard line¹⁵)이다. 그러나 높은 에너지원에서 희토류원소들은 많은 스펙트럼선을 방출하고 이들간에는 간섭영향이 비교적 커서 분석시 이용된 스펙트럼선은 시료의 매트릭스에 따라 상이하며 이미 보고된 검출한계도 플라즈마 작동조건에 따라 큰 차이가 있다.

본 연구에서는 ICP 법에 의해 희토류원소의 분석시 알칼리용융같은 시료의 전처리에 이용되는 Na의 방해영향을 플라즈마 작동조건에 따라 관찰함으로써 희토류원소의 분석에 미치는 영향을 연구하였고, 시료의 매트릭스에 따라 스펙트럼선을 선정할 수 있도록 희토류원소의 분석에 이용된 스펙트럼선을 종합하여 이들의 검출한계와 간섭영향을 조사하였다. 또한 호주와 국내 서산에서 채취한 모나자이트 광물을 시료로 이용하여 분석하였고 분석 결과를 X-선형광법과 비교하였다.

실 험

기기 및 장치. 본 연구에서 사용한 ICP는 Labtest 제 Model Plasmascan 710으로서 작동 조건은 Table 1과 같다. 시료운반기체의 사용량이 각각 0.4, 0.8, 1.0l/min 일때 플라즈마의 관측 위치에 따른 스펙트럼선의 세기를 측정하였다. 플라즈마 torch의 가운데관 끝은 안정된 플라즈마를 얻고 torch로 부터의 오염을 최소로 줄이기 위하여 RF 코일의 최하단부 보다 0.5mm 낮게 고정되었으며(Fig. 1) torch와 RF 코일을 동시에 상하로 움직이면서 플라즈마의 관측위치를 조절하였다. Torch의 상하 높이를 조절시 재현성은 0.1mm 까지 가능하였다. 또한 Table 1과

같은 조건에서 이트륨용액을 주입시 “최초의 분석지역¹⁶(IRZ)”에서 “보통의 분석지역¹⁶(NAZ)”으로 바뀌는 부분은 RF 코일에서 4mm이었다.

표준용액의 조제. 희토류원소들의 표준용액은 99.99%이상의 희토류산화물(Aldrich Chem. Co. Inc.)을 사용하여 다음과 같이 조제하였다. 일정한량의 표준희토류금속 산화물을 각각 취하여 1:1의 황산용액 20ml에 용해시킨후 물로 500ml까지 묽혀 그 농도가 1000ppm 되게 만들었다. 단, Ce 표준용액은 1:1의 질산 20ml를 가한후 Ce의 산화물이 완전용해될 때까지 과산화수소수를 첨가하고 500ml까지 물로 묽혔다. 여기서 물은 증류후 이온교환 수지를 통과시켜 사용하였다.

시료의 처리. 200메쉬 이하로 분쇄한 모나자이트 시료 약 0.5g을 정확히 취하여 황산과 플루오르화 수소산을 각각 20ml씩 가하고 황산 환연기가 날때까지 가열한 후 냉각시켰다. 여기에 물 100ml를 넣고 가열 용해한 다음 불용분은 거르고 거른액을 500ml의 메스플라스크로 옮겼다. 불용분은 백금 도가니에서 태운후 2g의 용제($\text{Na}_2\text{CO}_3 : \text{H}_3\text{BO}_3 = 7 : 5$)를 넣고 1000°C에서 2시간 가열하여 용융시켰다. 냉각후 물과 20ml의 염산을 넣어 완전 용해시키고 이를 앞에서 산처리한 용액과 합치고 물로서 500ml 되게 묽혔다.

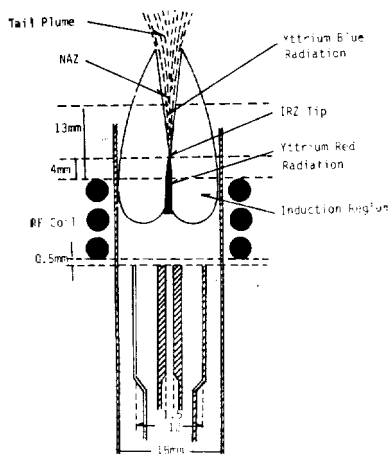


Fig. 1. Plasma torch configuration and nomenclature system.

Table 1. Plasma operating conditions and parameters

Generator	Labtest Plasmascan 710, 27.12MHz
Power	1.2KW
Torch	outer, intermediate and inner tube orifice having diameter 18, 12, 1.5mm
Nebulizer	GMK
Sample Uptake	1.8ml/min
Argon Flow Rate	Carrier 0.8l/min Coolant 15l/min
Observation Height	13mm above RF coil
Spectrograph	Grating with 1800 grooves/mm Dispersion, 0.8nm/mm first order Blazed at 300nm Slit width, Entrance(20μm) Exit (20μm)
Integration Time	1 sec

결과 및 고찰

스펙트럼선의 검출 한계. ICP법에서 이용되는 스펙트럼선은 soft line과 hard line으로 분류된다. Soft line은 플라즈마 torch의 가운데관 끝에서 시료운반 기체가 흐르는 방향으로 플라즈마 중심부를 따라 측정된 빛의 세기인 스펙트럼의 spatial profile¹⁵이 분석코자하는 시료원소들의 들뜸에너지와 플라즈마작동조건에 크게 영향을 받는 스펙트럼선이다. 이에 반하여 hard line은 플라즈마 작동조건과 스펙트럼선들의 들뜸에너지에 관계없이 spatial profile의 최대점이 비교적 RF 코일에서 부터 일정한 높이에서 나타나는 스펙트럼선으로서 이상적인 플라즈마의 작동 조건을 찾기가 쉽다. 본 연구에서는 hard line들을 집중적으로 고찰하였다.

ICP법에서 주로 이용되는 희토류원소들의 hard line 스펙트럼선들은 Table 2와 같은데 본 연구에서는 이들 스펙트럼선 중에서 Dy 353.170nm와 Tm 346.124nm를 선정하여 spatial profile을 측정하였다. 이들은 모두 들뜸에너지와 시료운반기체의 사용량에 관계없이 RF 코일 상단부에서 부터 10mm 부근에서 최대치를 갖고 있었으며 이 중에서 Dy 353.170nm선의 시료운반기체 사용량에 따른 spatial profile들을 보면 Fig. 2와

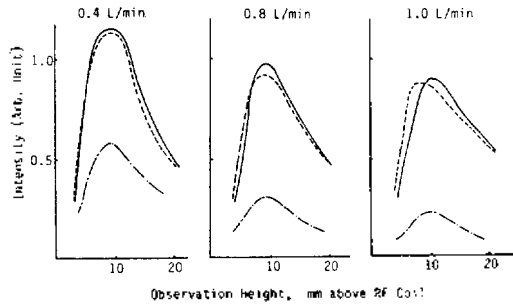


Fig. 2. Effect of carrier gas flow rate on the spatial profile of 353.170nm dysprosium line. ----- : blank. ——— : 1ppm Dy. : 1ppm Dy+2000ppm Na.

Table 2. Detection limits and interfering elements for the selected rare earth spectral lines

Element	Wave-length nm	Detection limit ppb	Interfering Elements*
Y	371.029	1.7	(Ca, Ti) ²⁰
La	408.671	14	Zr ²¹ (Fe, Ti, Ce, Ca, Nd) ²⁰
	398.852	14	
	379.489	7.6	
Ce	418.660	49	Dy ¹¹ , (Fe, Sc) ¹⁰ Y ¹¹ , (Ca, Ti, Sr) ²⁰ (Pr, Fe, Dy) ²²
	413.765	38	
	413.380	45	
Pr	422.293	61	Y ¹¹ (Ce, Y) ¹¹
	418.948	69	
	417.942	52	
	390.844	38	
Nd	430.358	77	(Zr, Fe) ²¹ Ce ¹¹
	417.732	85	
	401.225	32	
Sm	442.214	37	Ce, Pr Y ²¹ , (W, Fe, Nd) ²⁰
	359.260	26	
	443.380	48	
Eu	420.505	2.7	Gd ²¹ (Gd, Dy) ²¹ , Y ¹⁰ (Fe, Sc) ²¹ (Fe, Nd, Dy) ²⁰
	412.970	2.6	
	390.710	6.5	
	381.967	1.1	
Gd	364.620	14	(Ce, Dy, Sm) ¹¹
	324.247	10	
	310.051	13	

	303.285	37	
Tb	367.635	19	(Sm, Ho) ¹¹ , Zr ²¹
	350.917	13	
Dy	400.048	25	Fe ²¹ Mn ²¹ , (Sm, Nd, Ti) ²⁰
	353.170	5.3	
	340.780	16	
Ho	345.600	3.1	Y ¹¹ , (Ti, Zr) ²¹ (Tb, Er) ¹¹
	341.646	15	
Er	390.631	18	Y ²¹ Ti ^{12,21}
	369.224	8.2	
	349.910	15	
	337.271	5.5	
Tm	376.133	16	Ti ²¹ , Pr Y ¹¹ , Ce (Dy, Er) ¹¹ , Eu, Ce Eu, Ce
	346.124	7.0	
	342.508	7.3	
	313.126	3.5	
Tb	369.420	1.1	(Ti, Fe) ²¹
	328.937	0.7	
	289.144	3.4	
Lu	350.739	10	Y ¹¹ W
	347.248	12	
	261.542	0.4	

* Interferences which have not the references are the observed ones.

Table 3. Effect of carrier gas flow rate on the signal/background of Dy 353.170nm spectral line

Flow Rate l/min	Signal to Background Ratio
0.4	0.17
0.8	0.44
1.0	0.83

Observation point; 13mm above RF coil. Number of measurements; 10. Integration time; 1 sec. Concentration of Dy; 100 ppb.

같다. 또한 시료운반기체의 사용량의 변화에 따른 바탕세기에 대한 알짜세기의 비를보면 Table 3 과 같이 시료운반 기체의 사용량을 증가시킬 때 현저하게 증가되었다.

RF power의 변화는 Fig.3에서 보는 바와 같이 바탕세기에 대한 스펙트럼선 세기의 비에 큰 영향을 준다. RF power를 1.0~1.5kw 까지 증

Table 4. Effect of RF power variation on the signal/background of Dy 353.170nm spectral line

Power KW	Signal to background ratio
1.0	0.76
1.1	0.56
1.2	0.44
1.3	0.31
1.4	0.25
1.5	0.18

Experimental conditions are the same as that in Table 3.

가시켰을 때 Table 4에서 보는바와 같이 스펙트럼선의 바탕세기에 대한 스펙트럼선세기의 비는 감소되었다.

ICP법에서 검출한계는 플라즈마의 관측위치에 따라 큰 영향을 받게 된다. 검출한계를 낮추기 위해서는 플라즈마내의 관측위치를 spatial profile이 최대가 되는 부분으로 하여야만 한다. 그러나 본 연구에서는 공존원소의 방해영향을 고려하여 플라즈마의 관측위치를 13mm로 유지하였으며 이 조건에서 측정된 검출한계는 Table 2와 같다(이온화 방해영향 참조). 검출한계는 100ppb 시료의 세기와 바탕세기를 각각 10번씩 측정하고 식(1)에 의거 계산하였다. 이 식에서 k 값은 상수로서 ICP법에서는 3을 사용하는 경우도 있으나¹⁷ 본 실험에서는 일반적으로 통용되는 2를 사용하였다.

$$\text{Detection Limit} = \frac{k \cdot \text{RSD} \cdot \text{Conc}}{\text{SBR} \cdot 100} = k \cdot \text{SD} \cdot \text{Sensitivity} \quad (1)$$

RSD: Relative standard deviation of blank.

SD: Standard deviation of blank. SBR:

$$\text{Signal to background ratio} = \frac{I_{100\text{ppb}} - I_{\text{blank}}}{I_{\text{blank}}}$$

Conc: 100ppb

이온화 방해영향. ICP법에서 이온화 방해영향은 플라즈마내의 전자와 시료원자의 충돌에 의한 현상이라고 말할 수 있다.¹³ 그러므로 시료의 전처리 과정에서 사용된 시약중 이온화 에너지가 낮은 Na는 이온화 방해를 많이 일으킬

수 있으며 이와같은 영향의 정도는 시료 운반기체의 사용량이나 RF power의 변화등과 같은 플라즈마 작동조건 및 매트릭스의 농도에 큰 영향을 받는다고 생각된다. 먼저 시료운반기체의 사용량이 미치는 영향을 보면 시료운반기체의 사용량을 증가시킬수록 플라즈마 위치에 관계없이 이온화 방해영향이 커지고 또한 Na 매트릭스는 플라즈마의 낮은 부분에서는 알짜세기를 증가시키지만 높은 부분에서는 감소시키는 것을 알 수 있다(Fig.2). 이와 같은 매트릭스에 의한 증감현상은 플라즈마의 낮은 부분에서는 Na 원자로 부터 생성된 전자가 이온상태의 시료원자를 증가시켜 빛의 세기가 커지고, 플라즈마의 높은 부분에서는 이온화 상태의 시료 원자와 전자들의 재결합 과정으로 이온 상태의 시료 원자를 감소시켜 빛의 세기가 감소된다고 설명된 바 있으나,^{13,18} 아직 이와같은 메커니즘을 확인할 수 있는 실험적인 근거는 밝혀지지 않고 있다.¹⁹ 반면에 RF power에 따른 이온화 방해영향의 변화는 Fig. 3에서 보는 바와 같이 power를 1.1, 1.3, 1.5KW로 증가시켜도 2000ppm의 Na 매트릭스가 1ppm의 Dy 스펙트럼선의 세기에 미치는 영향은 거의 없음을 알 수 있다.

한편 매트릭스의 농도에 따른 방해영향을 보기 위하여 2.5ppm의 Dy와 Tm 용액에 Na의 농도를 0-8000ppm까지 변화시켰을 때 Dy 353.170nm와 Tm 346.124nm 스펙트럼선에 미치는 영향을 조사한 결과 Table 5와 같았다. Table 5에서 보는바와 같이 Na의 농도가 증가할수록 매트릭스에 의한 감소는 커지며 Na의 농도가 2000ppm 즉, 분석시료의 800배 이상 농도가 되면 스펙트럼선의 세기를 약 5%이상 감소시켰다. 그러므로 본 연구에서는 모나자이트 시료의 전처리에 사용한 Na의 양을 고려하여 희토류원소 분석시 Na의 최종농도가 1000ppm 이하가 되도록 불렸다.

스펙트럼선의 간섭영향. 본 연구에서 선정된 스펙트럼선간의 간섭영향을 조사하기 위하여 합성용액을 조제하고 Table 6과 같은 회수율을 얻었다. 합성용액중의 희토류원소 농도는 각 원소의 검출한계를 고려하여 0.05ppm(Lu)으로 부터

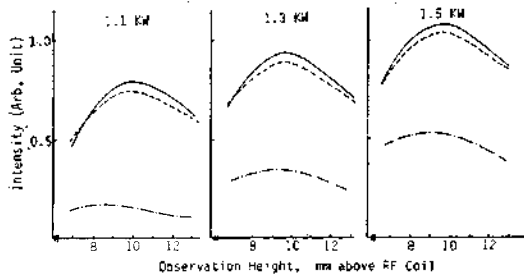


Fig. 3. Effect of RF power level on the spatial profile of 353.170nm dysprosium line. — : blank. - - - : 1ppm Dy. ····· : 1ppm Dy + 2000ppm Na Carrier gas flow rate: 0.8l/min.

Table 5. Effect of sodium concentration on the relative recovery percents of Dy 353.170nm and Tm 346.124 nm lines

Element	Na added(ppm)					
	0	1000	2000	4000	6000	8000
Dy	100	98.3	94.4	89.0	85.6	83.5
Tm	100	97.0	94.0	89.9	88.3	85.8

Analyte Concentration; 2.5ppm. Observation Point; 13mm above RF Coil. Carrier Gas Flow Rate; 0.8l/min.

50ppm(La, Ce, Nd)까지 혼합하였는데 이것은 모나자이트 시료의 조성과 대략 비슷하게 만든 용액이다. 또한 용액의 조제와 플라즈마의 작동 시 재현성을 감안하여 5%이상 차이나는 원소들의 간섭영향을 조사하였다. 본 연구에서는 희토류원소들의 스펙트럼선간의 방해영향을 고려하여 각 원소의 스펙트럼선을 선정하였는데 Tm만이 선정하기 어려웠다. Tm 346.124nm선은 Ce 346.234nm로부터 간섭을 받았고 이보다 검출한계가 낮거나 비슷한 파장인 Tm 313.126nm는 Eu 313.074nm와 Ce 313.087nm의 영향을 받았으며, Tm 342.508nm의 스펙트럼선은 Eu 342.502nm와 Ce 342.534nm의 간섭을 받아 스펙트럼선을 선정하기 어려웠다. 모나자이트에서 Ce의 함량이 높지만 Eu의 함량이 낮으므로 모나자이트의 분석시 Ce 농도와 같은 매트릭스로서 보정하였다. Table 6에서 알 수 있는 바와 같이 합성용액내의 희토류원소들의 회수율은 Tm만을

Table 6. Recoveries for the synthetic solution of rare earth elements

Element	Wave-length nm	mg, in 500ml		Recovery %	Interfering Elements
		added	found		
Y	371.029	5.0	5.25	105.0	
La	379.489	25.0	26.3	105.2	
Ce	413.765	25.0	25.9	103.6	
Pr	417.942	10.0	9.75	97.5	(Ce, Nd)
Nd	430.358	25.0	26.2	104.8	(Ce, Sm)
Sm	443.380	5.0	5.12	102.5	Fe
Eu	381.967	0.5	0.505	101.0	(Ce, Nd)
Gd	310.051	2.5	2.58	103.2	
Tb	350.917	1.0	1.05	104.5	
Dy	353.170	1.25	1.30	104.3	
Ho	345.600	0.5	0.518	103.6	
Er	349.910	5.0	4.81	96.3	Ti, Th
Tm	346.124	0.05	0.0600	120.0	Ce
Yb	328.937	0.5	0.523	104.6	(Th)
Lu	261.542	0.025	0.0262	104.5	

() ; high concentration ratio of matrix elements to analyte may cause spectral interference.

제외하고는 모두 $\pm 5\%$ 범위에서 잘 일치하였다.

모나자이트 시료의 분석. 본 연구에서 이용한 모나자이트의 분석결과와 X-선 형광법으로 시료 중 주성분의 희토류원소를 분석한 결과는 Table 7과 같다. X-선 형광법은 공존원소의 방해영향을 줄이기 위하여 lithium tetraborate를 용제로 하여 glass bead를 만들어 표준물 첨가법으로 분석하였다. 두 방법에 의해 분석한 결과를 보면 6개의 원소중 Y, La, Ce는 분석방법에 관계없이 유사하였다. 그러나 Pr, Nd, Sm은 30% 정도까지 차이를 보이고 있는데 이는 분석방법에 의한 차이라고도 볼 수 있지만 앞으로 그 원인은 더 조사되어야 하리라고 생각된다.

Chondrite normalizing 값^{7, 23, 24}은 태양계의 운석, 월석, 지구암석등에서 Si를 기준하여 타원소의 상대비율을 구한 값으로 일반적으로 희토류광물에서의 chondrite abundance곡선은 일정한 경향성을 갖고 있으므로 희토류 광물의 분석결과를 확인하는데 이용되기도 한다.^{7, 22} 본 연구에서는 Table 7의 모나자이트 중의 희토류원소 분석결과와 chondrite normalizing 값으로부터

Table 7. Analytical results of monazite samples and chondrite normalizing value

Element	Found, %				Chondrite Normalizing Value
	Korean monazite		Australian monazite		
	ICP	XRF*	ICP	XRF*	
Y	1.2	1.3	1.2	1.2	—
La	10.7	11.0	13.4	13.4	0.33
Ce	21.2	23.6	28.5	28.6	0.88
Pr	3.1	2.2	2.9	2.1	0.11
Nd	8.2	10.5	10.9	13.4	0.60
Sm	1.4	1.1	1.8	1.3	0.181
Eu	0.058	—	0.058	—	0.069
Gd	0.58	—	0.75	—	0.249
Tb	0.081	—	0.11	—	0.047
Dy	0.29	—	0.36	—	0.325
Ho	0.060	—	0.064	—	0.070
Er	0.11	—	0.17	—	0.20
Tm	0.015	—	0.020	—	0.030
Yb	0.040	—	0.075	—	0.20
Lu	0.0039	—	0.0049	—	0.034

* X-ray fluorescence spectrometry.

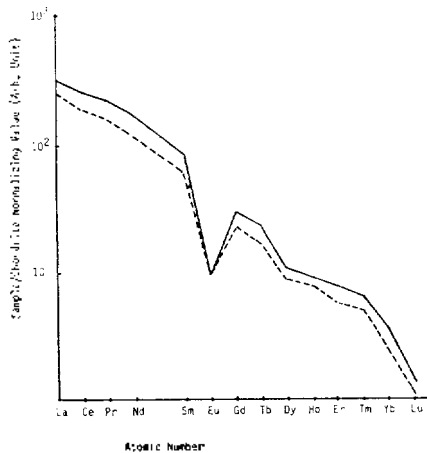


Fig. 4. Chondrite Abundance Curves for Korean and Australian Monazite. — : Australian Monazite. - - - : Korean Monazite.

Fig. 4와 같은 chondrite abundance 곡선을 얻었는데 Crock⁷가 얻은 것과 같은 경향성을 나타내었다. 그러므로 이 결과로 미루어 보아 분석치의 정확도나 정밀도는 언급할 수 없지만 희토류 광물 조성의 경향성을 알 수 있다고 본다.

결론

희토류원소 분석시 이상적인 플라즈마 작동조건에 관해 연구하였다. 분석에 이용된 스펙트럼선은 모두 이온선으로서 G. Horick¹⁵의 hard line과 같은 spatial profile을 갖으며 시료운반기체의 사용량과 플라즈마내에서의 관측위치가 검출한계와 이온화 방해영향을 좌우하였다. 본 연구에서의 시료운반기체 사용범위 (0.4~1.0l/min)에서는 사용량이 클수록 스펙트럼선의 검출한계가 낮아지고 알짜세기가 커졌으나 화학적 방해영향은 증가되었다. 또한 일정한 시료운반기체의 사용시 이온화 방해영향은 플라즈마의 낮은 부분에서는 증가현상을 높은 부분에서는 감소현상을 나타냈으며 Na의 최종농도가 2000ppm이면 플라즈마의 “보통의 분석 지역”에서 2.5ppm의 Dy와 Tm 스펙트럼선의 세기에 5% 정도의 이온화 방해 영향을 주었다.

인용문헌

1. 大町良治, 金屬, April, 59, (1983).
2. E. C. Subbarao and W. E. Wallace, Science and Technology of Rare Earth Material, Academic Press, N. Y., 1980.
3. 하영구, 화학과 공업의 진보, Vol. 18, No. 5, 319 (1978), and the references therein.
4. E. L. Dekalb, A. P. D'Silva and V. A. Fassel, Anal. Chem. 42, 1246(1970).
5. L. A. Haskin, T. R. Wilderman, M. A. Haskin, Radioanal. Chem. 1, 337 (1968).
6. J. C. Van Loon, J. H. Galbraith [and H. M. Aarden, Analyst, 96, 47 (1971).
7. J. G. Crock and F. E. Lichte, Anal. Chem., 54, 1329 (1982).
8. J. A. C. Broekaert, F. Leis and K. Laqua, Spectrochim. Acta, 34b, 73 (1979).
9. L. Tanka, S. Tahara, T. Ohtsuki, K. Sato, and R. Matsumoto, Bunseki Kagaku 28, 371 (1979).
10. H. S. Mahanti, R. M. Barnes, Appl. Spectrosc., 37, 3 (1983).
11. N. Ru, W. Chang, Z. Jang and Y. Zeung, Spectrochim. Acta, 38B, 175 (1983).

12. V. A. Fassel and R. W. Kniseley, *Anal. Chem.* **46**, 1110A and 1155A(1974).
13. M. W. Blades and G. Horlick, *Spectrochim. Acta*, **36B**, 881 (1981).
14. S. Greenfield, H. McGeaching and P. B. Smith, *Anal. Chim. Acta* **84**, 67 (1976).
15. M. W. Blades and G. Horlick, *Spectrochim. Acta*, **36B**, 861 (1981).
16. S. R. Koirtyohann, J. S. Jones, C. P. Jester and D. A. Yates, *Spectrochim. Acta*, **36B**, 49(1981).
17. M. A. Floyd, V. A. Fassel and A. P. D'Silva, *Anal. Chem.*, **52**, 1268 (1980).
18. L. M. Faires, C. T. Apei and T. M. Niemczyk, *Appl. Spectrosc.*, **37**, 558(1983).
19. L. DeGalan, *Spectrochim. Acta*, **39B**, 537(1984).
20. A. Bolton, J. Hwang and A. V. Voet, *Spectrochim. Acta*, **38B**, 165 (1983).
21. I. B. Brenner, A. E. Watson, T. W. Steele, E. A. Jones and M. Goncalves, *Spectrochim. Acta*, **36B**, 785 (1981).
22. G. N. Hanson, *Annu. Rev. Earth Planet Sci.*, **8**, 371 (1980).
23. M. Ebihara, R. Wolf and E. Anders, *Geochim. Cosmochim. Acta*, **46**, 1849 (1982).
24. E. Anders and M. Ebihara, *Geochim. Cosmochim. Acta*, **46**, 2263 (1982).