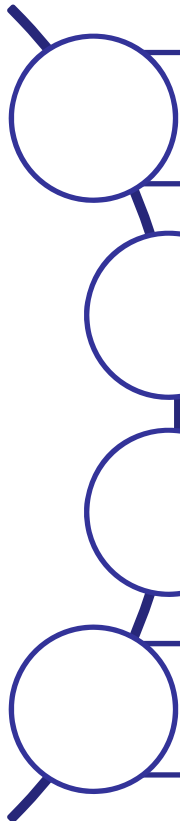


# ICP-MS를 이용한 표준암석시료의 미량원소 분석 : 희석 배율에 따른 분석 결과 비교

한승희<sup>1,\*</sup> . 김태훈<sup>1</sup> . 이종익<sup>1</sup> . 이미정<sup>1</sup> . 백종민<sup>1</sup> . 하승아<sup>1</sup>

<sup>1</sup>극지연구소 지구시스템연구부

# 목차



- 서론
- 분석 시료 준비 및 방법
- 분석 결과
- 결론 및 요약

# ICP-MS at KOPRI

- Elan6100 – 2003부터 운용 중
- NWR193 – 2011부터 운용 중
- New ICP-MS – 2015 예정



# 서론

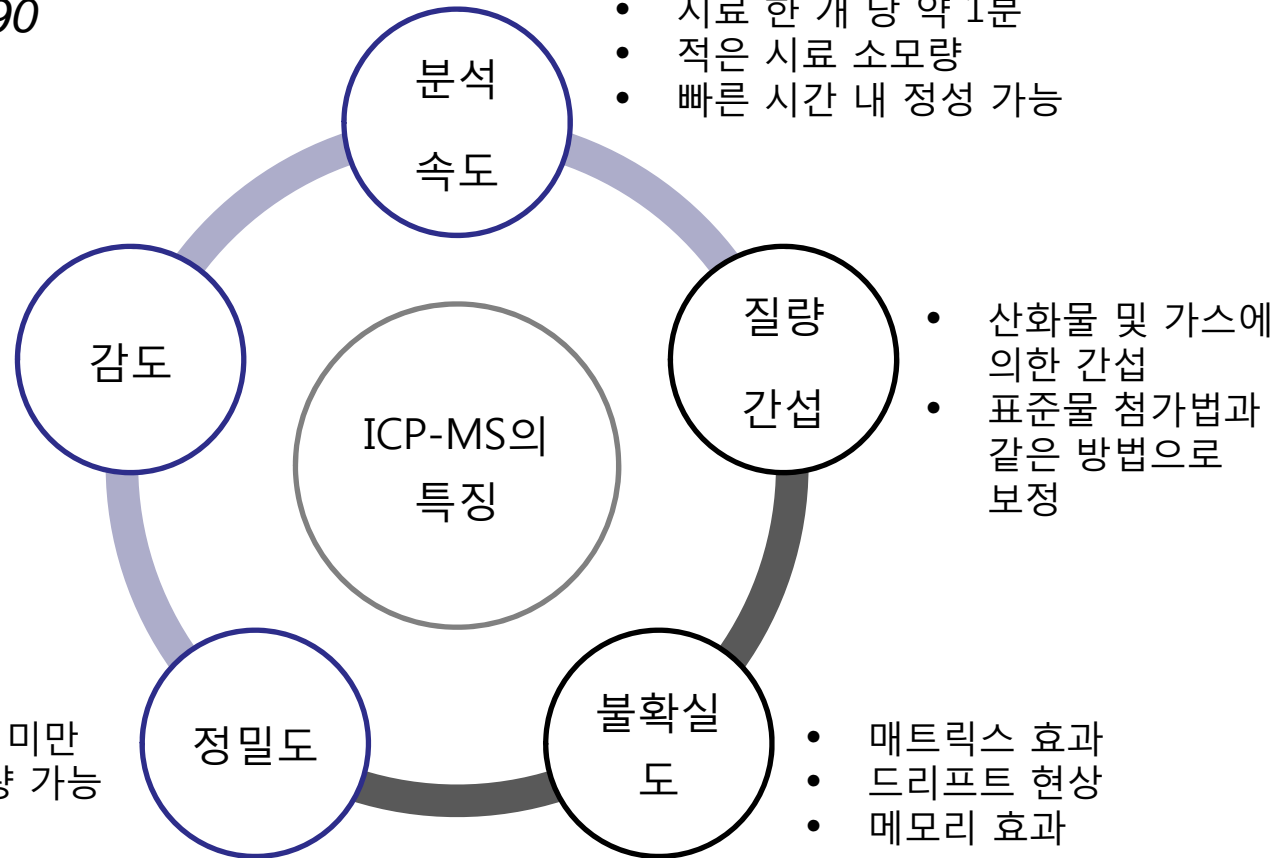
*Longerich et al., 1990*

*Jenner et al., 1990*

*Eggins et al., 1997*

- 검출한계 수ppt~수십ppt

- 5% 미만
- 정량 가능



## 감도 변화 최소화 위한 보정법

	Standard addition	Matrix matching	Internal standard
정의		분석 원소와 같은 원소로 같은 농도의 용액을 만들어 비교 분석하는 방법	분석 원소에 들어있지 않은 원소를 일정한 농도로 넣어 주어 감도를 보정하는 방법
정확도	Standard addition, Matrix matching > Internal standard		
전처리			
비용			
소요시간			

*Eggins et al., 1997*

# 시료 준비

분석 시료



희석 및 내부표준용액

1. 감도 변화  
실험 용액  
(artificial BCR-2)

- 주원소 없는  
미량원소 용액
- 주원소 포함한  
미량원소 용액  
(주원소 60~300ppb)

희석 용액 2% HNO<sub>3</sub>

- 미량원소 용액(5ppb)
- 주원소 포함한  
미량원소 용액  
X4000, X2000,  
X1000, X500로 희석

내부표준원소  
(Rh, In, Re, Tl, Bi)  
각 5ppb씩 첨가

## 분석 시료

2. 다양한  
표준암석시료

- 현무암  
(BIR-1a, BCR-2)
- 안산암  
(AGV-2)
- 화강섬록암  
(GSP-2)

## 산 분해

**HF+HClO<sub>4</sub>**  
(2:1)

120°C에서  
약 48시간 가열  
단계적으로  
160°C까지 증발

**7N HNO<sub>3</sub>**

120°C에서  
약 24시간 가열  
120°C에서 증발

## 희석 및 내부표준용액

**희석 용액 2% HNO<sub>3</sub>**

- 표준암석시료  
X4000, X2000,  
X1000, X500로 희석

**내부표준원소**  
(Rh, In, Re, Tl, Bi)  
각 5ppb씩 첨가

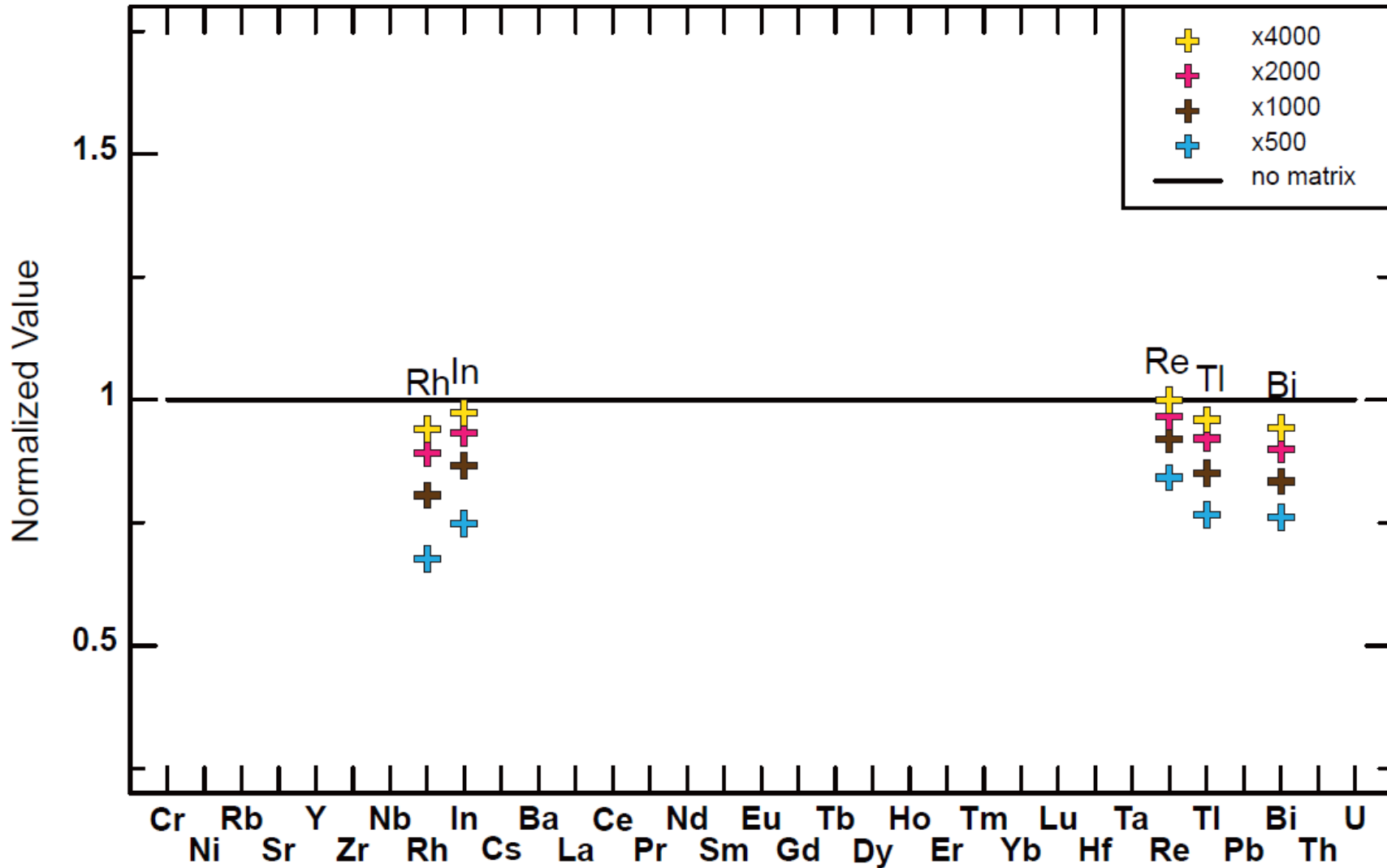
# 분석 조건

## Elan 6100, Perkin Elmer, KOPRI Quadruple

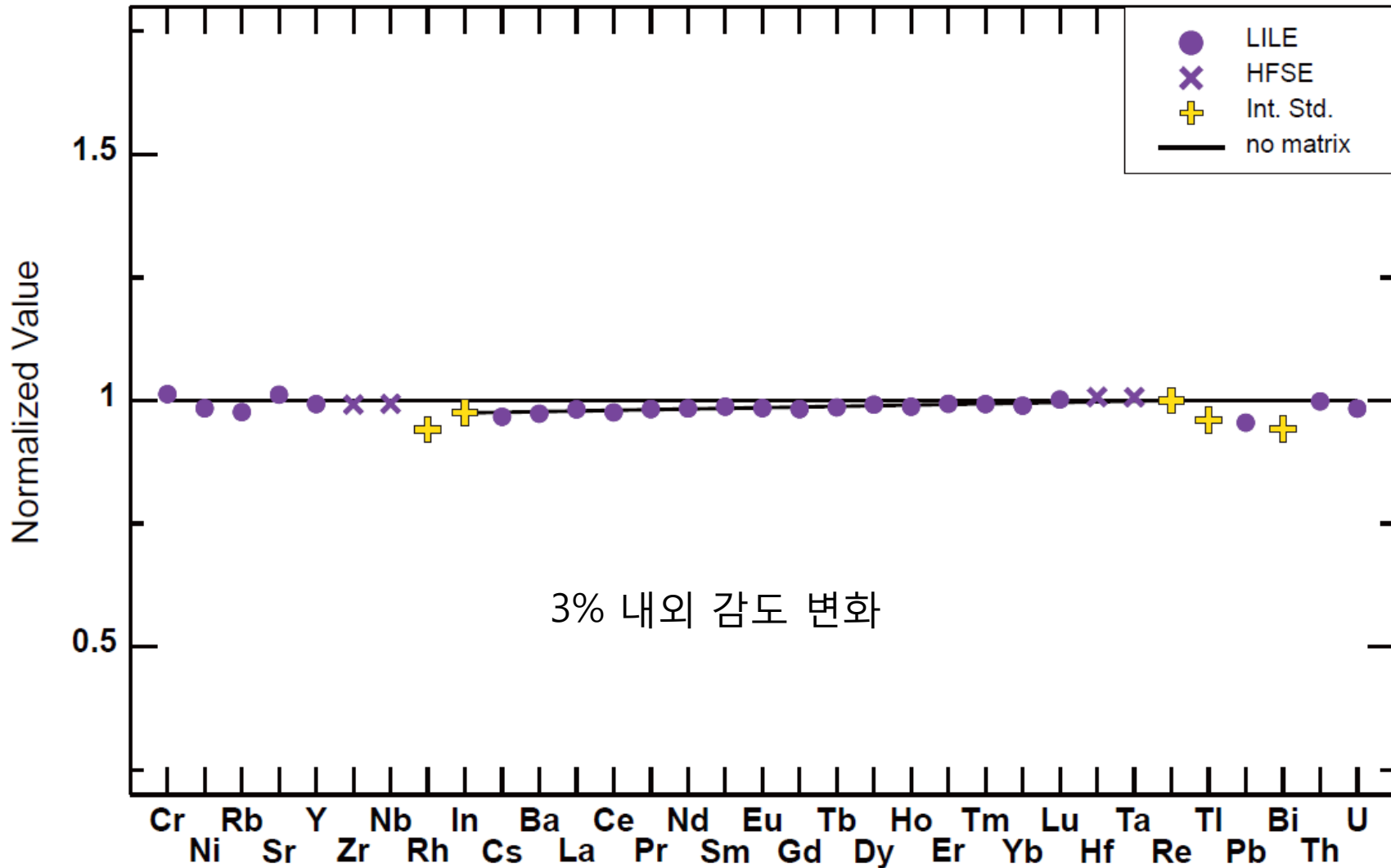
- RF power : 1250W
- Torch gas flow rate : 1.8 l/min
- Nebulizer gas flow : 0.92 l/min
- Auxiliary gas flow : 1.25 l/min
- Oxidation rate (CeO/Ce) : 2.5%
- Sensitivity (10ppb In) : 620000cps
- Sample uptake : 2ml/min
- Dwell time : 30ms~80ms



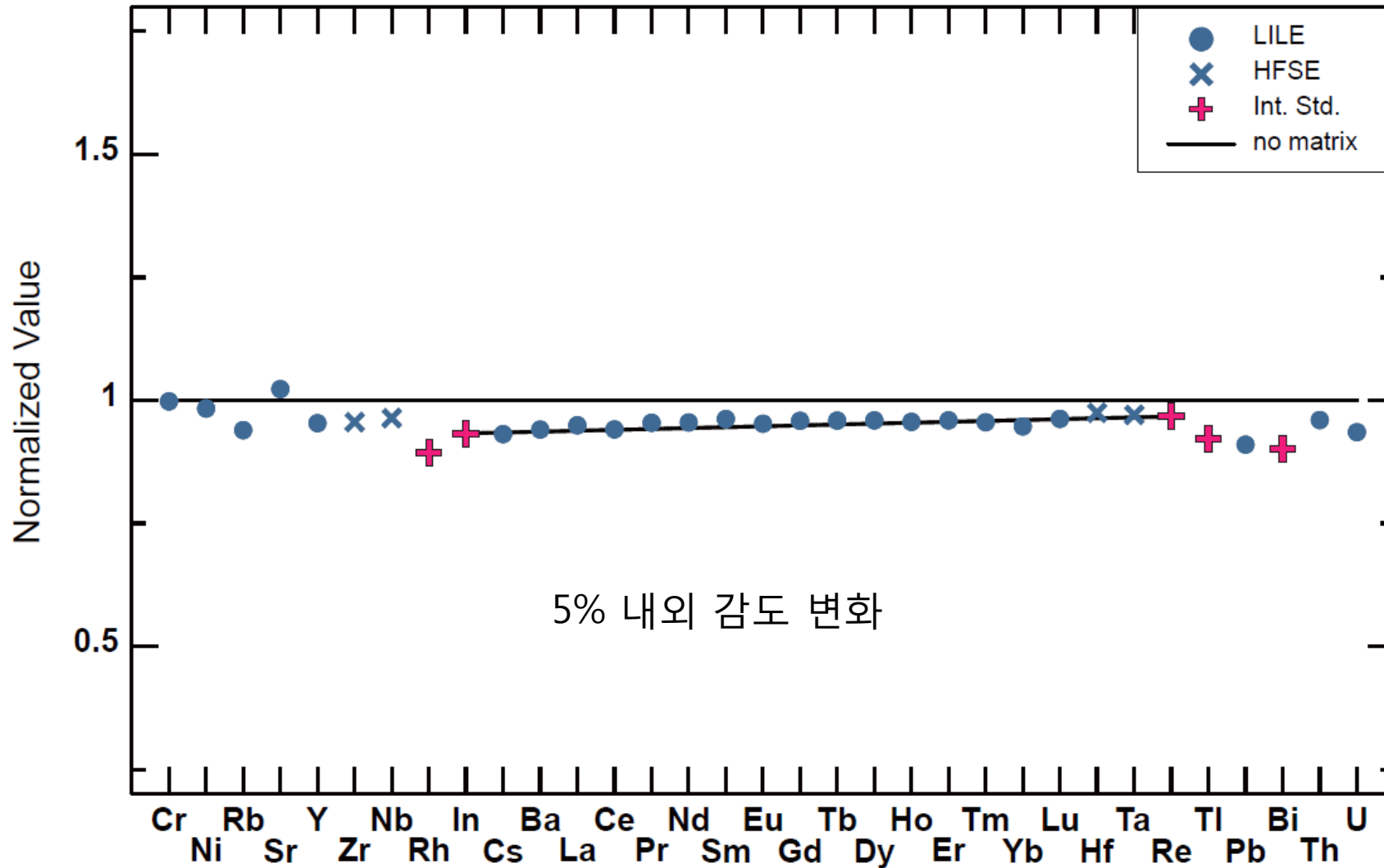
# 인위적인 실험용액에 들어 있는 농도에 따른 내부표준원소 감도 변화



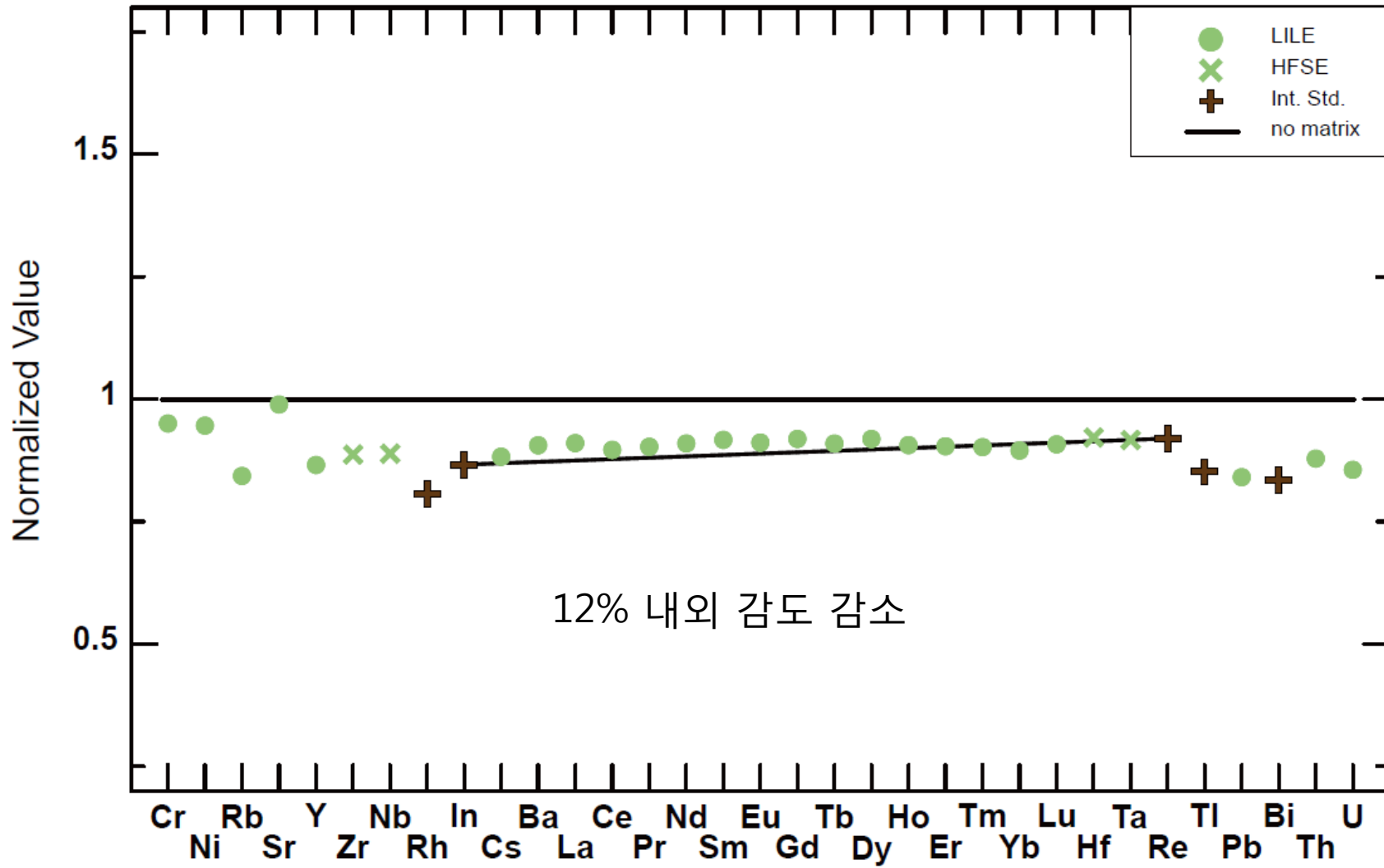
# 인위적인 실험용액에 대한 농도 별 감도 변화 [4000배 희석]



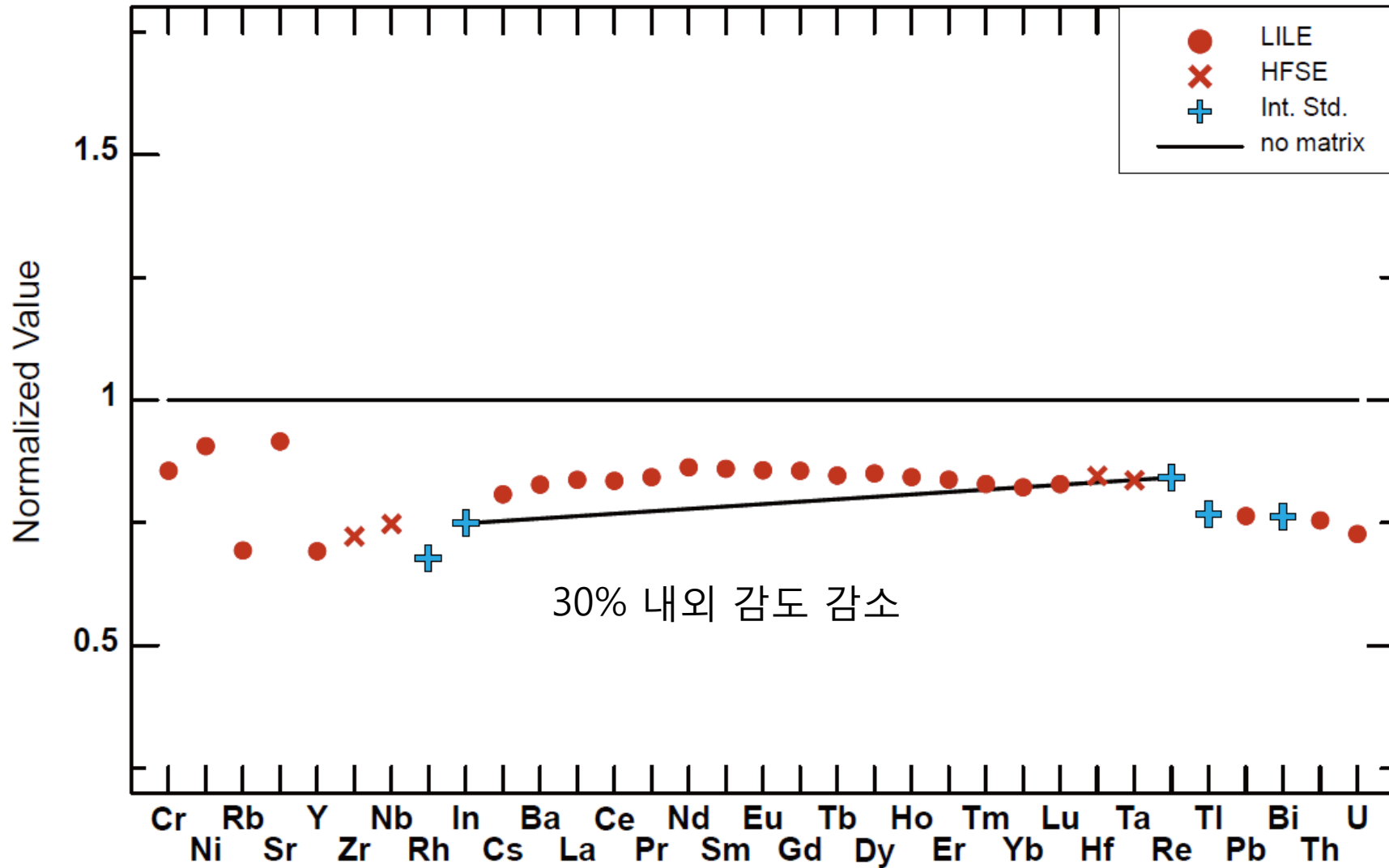
# 인위적인 실험용액에 대한 농도 별 감도 변화 [2000배 희석]



# 인위적인 실험용액에 대한 농도 별 감도 변화 [1000배 희석]



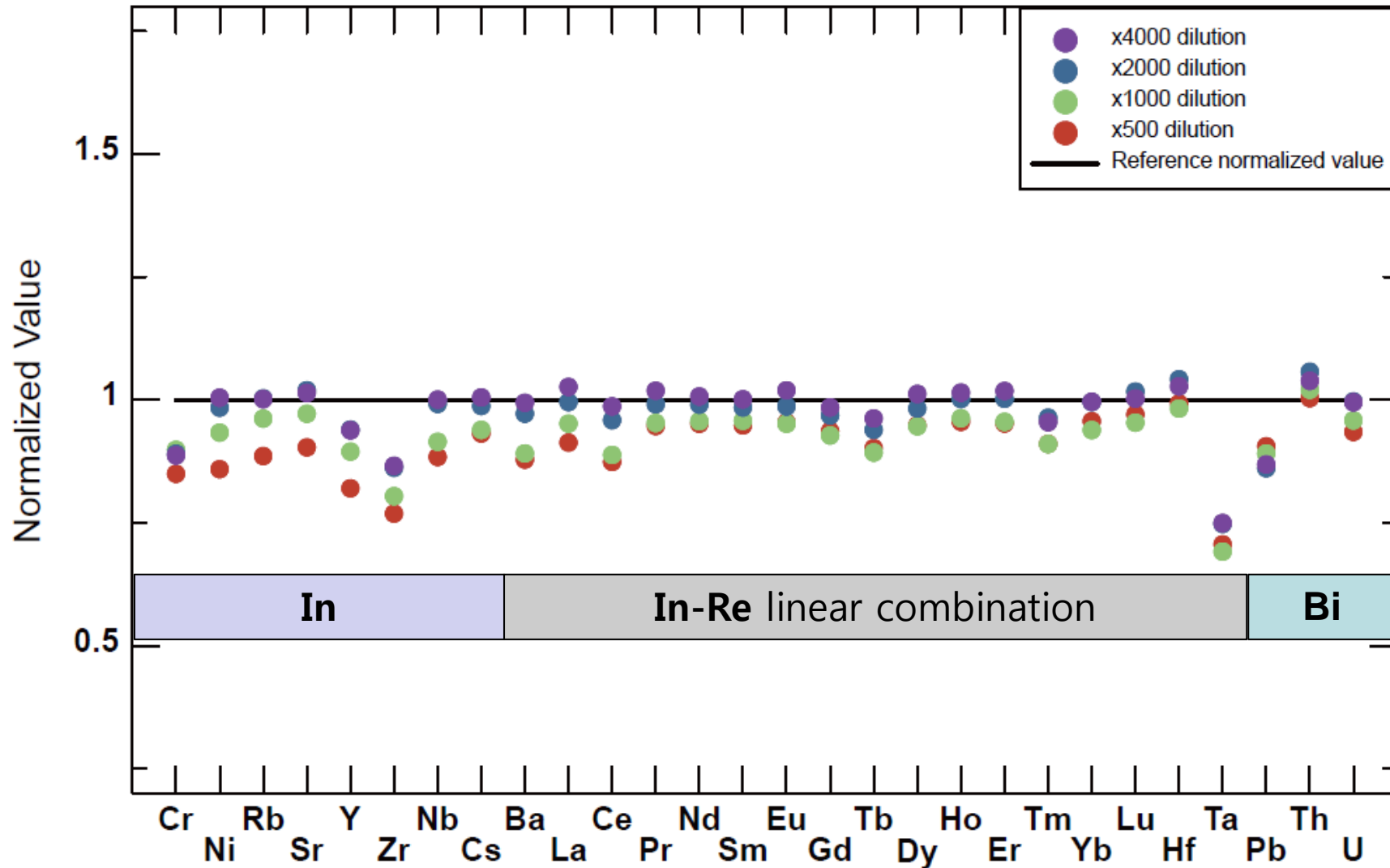
# 인위적인 실험용액에 대한 농도 별 감도 변화 [500배 희석]



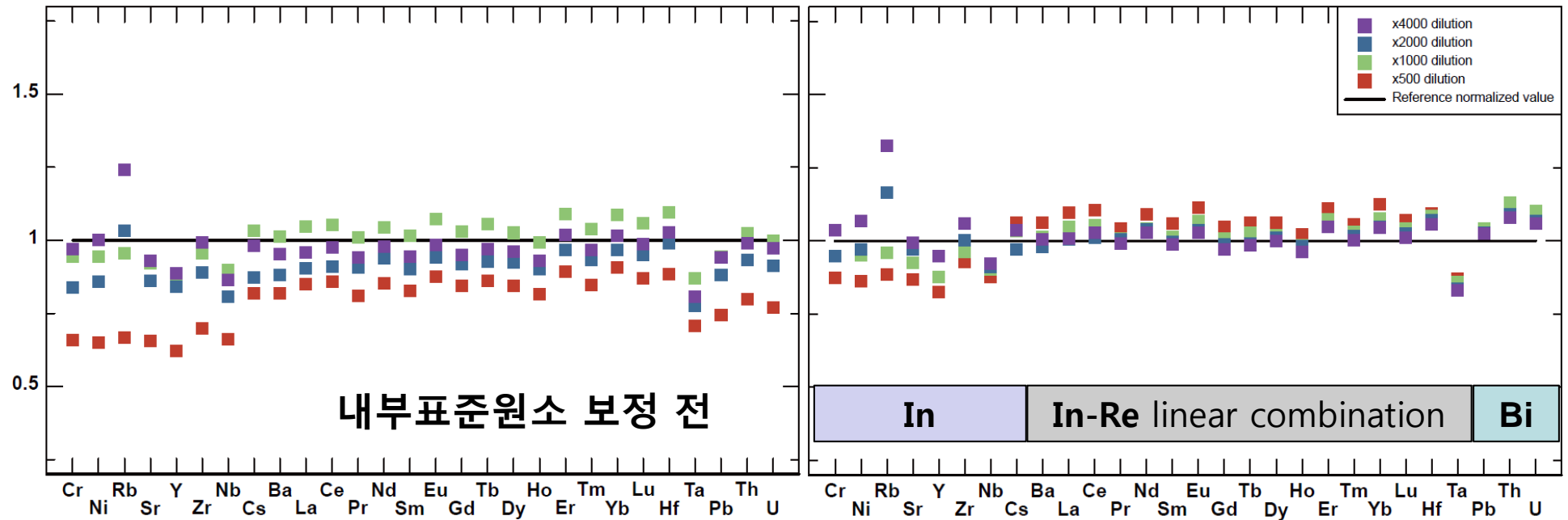
# 내부표준원소의 선택

대상 원소	Elan 6100 at KOPRI
Ba보다 가벼운 질량의 원소	<b>In</b>
Ba, REEs, Hf, Ta	<b>In-Re 또는 In-Bi</b> linear combination
Pb, Th, U	<b>Bi</b>

# 내부표준원소로 보정한 표준암석시료 (BCR-2)에 대한 희석 배율 별 감도 변화



# 내부표준원소로 보정한 표준암석시료 (AGV-2)에 대한 희석 배율 별 감도 변화

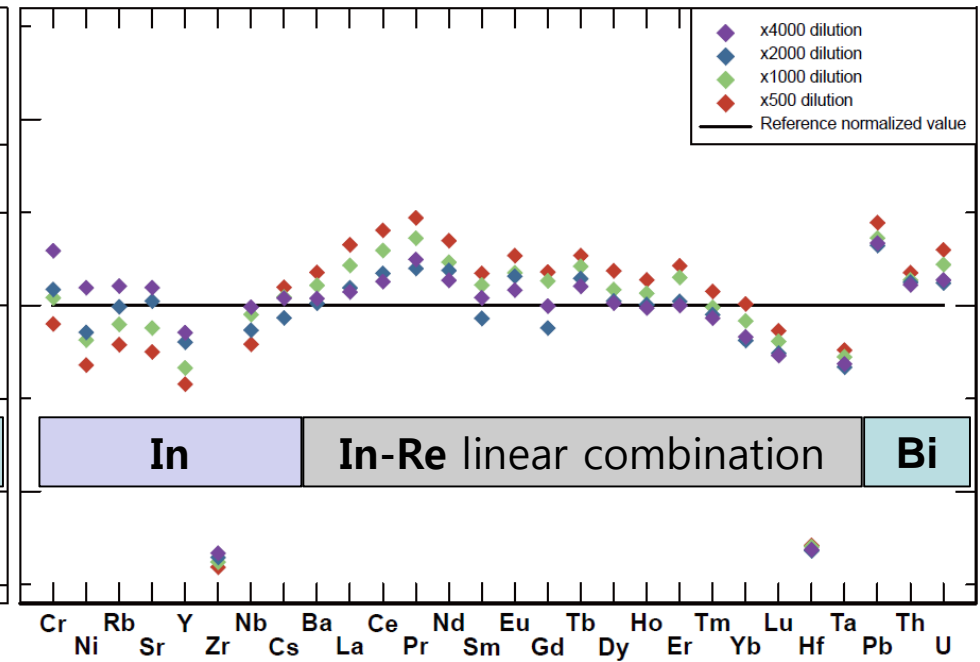
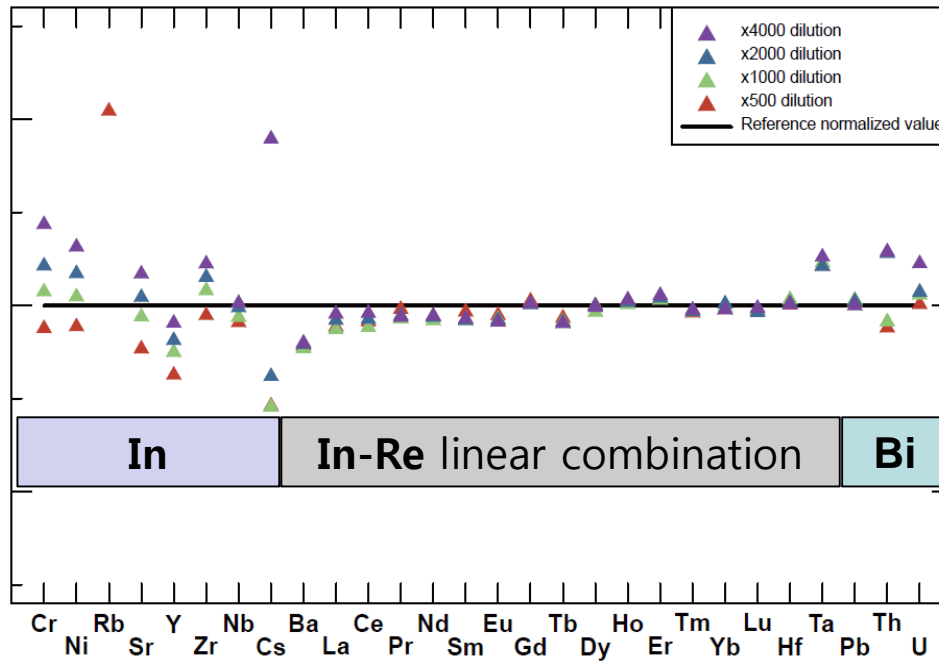




# 내부표준원소로 보정한 표준암석시료에 대한 희석 배율 별 감도 변화

<BIR-1a>

<GSP-2>



# 실제 표준 암석 시료의 적용

희석 배율	내부표준원소 보정 전 (RSD%)	내부표준원소 보정 후 (RSD%)
4000배	3-5% 내외	1-3% 이내
2000배	5% 내외	3-5% 미만
1000배	6-15%	10% 미만
500배	20-30%	15% 미만

\* Rb, Cs, Zr, Hf 원소들의 RSD% 제외

# 결론 및 요약

<정확한 미량원소 정량 분석을 위한 해법>

- 감도 변화가 각 원소와 잘 일치하는 **내부표준원소**로 보정
- 원소의 농도를 고려하여 **희석 배율**을 적어도 **2000배 이상** 높일 것
- 대부분의 암석시료들의 정확한 미량원소 분석이 가능하나 **화강암질 시료**의 경우, Zr, Hf의 회수율이 약 30% 정도로 낮기 때문에 산 분해에 더 세심한 주의를 요함

⇒ 미지시료 분석 시, 위와 같은 방법과 더불어 표준용액을 이용한 **외부보정**을 함께 해줄 것을 권장함