19. 유도결합플라즈마발광광도법

가. 장 치

일반적으로 여기원부, 시료도입부, 발광부, 분광부, 측광부 및 표시기록부로 되어 있다. 여기원부는 시료를 여기시키고, 발광시켜 전기에너지를 공급하고 제어하는 전원, 제어계 및 회로로 되어있고, 부속으로 가스공급원과 냉각장치를 포함한다. 시료도입부는 네블라이져와 분무기로 되어있다. 발광부는 토치관과 고주파유도코일등으로 되어 있다. 분광부는 집광계, 회절격자등의 분광기로 되어 있다. 측광부는 검출기와 신호처리계로 되어 있다. 표시기록부에는 디스플레이, 기록장치 등이 있다. 방식으로는 파장주사형 분광기를 이용하는 단원소 축차분석방식, 파장주사형 분광기를 이용하는 다원소 축차분석방식 및 파장고정형의 폴리크로메터를 이용하는 다원소 동시분석방식이 있다.

나. 시험용액의 조제

따로 규정이 없는 한, 원자흡광광도법의 나. 시험용액의 조제에 따른다.

다. 조작법

일반적으로 전류가 통하는 부분에 이상이 없는 것을 확인한 후, 여기원부 및 제어장치의 전원 스위치를 켠다. 진공형분광기를 이용하는 진공

자외선 영역의 발광선을 측정하는 경우에는 발광부와 분광기 간의 광축을 알곤 또는 질소로 10분간 치환한다. 알곤 또는 질소를 일정량의 유량으로 설정하고, 고주파 전원을 켜고 플라즈마를 점화한다. 수은램프의 발광선을 이용하여 분광기의 파장을 교정한다. 따로, 규정한 방법으로 조제한 시험용액 및 표준용액의 일정량을 도입하고 적당한 발광스펙트럼선의 발광강도를 측정한다.

라. 정량법

보통 다음의 어느 한 방법에 따른다. 특히 정량을 할 때는 간섭(干涉) 및 공시험보정(Back ground)을 고려할 필요가 있다.

(1) 검량선법 : 3종 이상의 농도가 다른 표준용액을 조제하고 각각의 표준용액에 대한 그 발광강도를 측정하여 얻은 값으로부터 검량선을 작성한다. 다음 측정가능한 농도범위로 조제한 시험용액의 흡광도를 측정한 다음 검량선으로 부터 목적원소량(농도)을 구한다.

(2) 표준첨가법 : 같은 양의 시험용액 3개 이상을 취하여 각각에 목적원소가 단계적으로 함유되도록 표준용액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각 용액의 발광강도를 측정하고 횡축에 첨가한 표준목적원소량(농도), 종축은 발광강도로 하여 그래프에 각각의 값을 그려 넣는다. 이 그려 넣은 값으로 얻어진 회귀선을 연장하여 횡축과 만나는 점과 원점과의 거리로써 목적원소량(농도)을 구한다. 다만, 이 방법은 (1)에 의한 검량선이 원점을 지나는 직선일 경우에만 적용된다.

(3) 내부표준법 : 내부표준원소의 일정량에 대하여 표준목적원소의 기지량을 각각 단계적으로 함유되도록 표준용액을 첨가하고 이에 용매를 넣어 일정용량으로 한다. 각각의 용액을 취해 각 원소의 분석선파장에서 표준대상원소에 의한 발광강도 및 내부표준원소의 의한 발광강도를 동일조건에서 측정하고 표준대상원소에 의한 발광강도와 내부표준원소에 의한 발광강도의 비를 구한다. 횡축에 첨가한 표준목적원소량(농도), 종축은 발광강도의 비로 하여 검량선을 작성한다. 다음 시험용액의 조제는 표준용액의 경우와 같이 동량의 내부표준원소를 넣는다. 다음에 검량선을 작성할 때와 같은 조건으로 얻은 목적원소에 의한 발광강도와 내부표준원소에 의한 발광강도와의 비를 구하여 검량선으로부터 목적원소량(농도)을 구한다.

(※ 주의 : 시험에 쓰는 시약, 시액은 측정에 방해가 되지 않는 것을 쓴다.)