ANALYTICAL SCIENCE & TECHNOLOGY
(Journal of the Korean Society of Analytical Sciences)
Vol. 6. No. 4. 1993
Printed in the Republic of Korea

원자흡수분광법에 의한 다원소 동시분석시 조건의 최적화

김효진† · 강종성*
동덕여자대학교 약학대학
*충남대학교 약학대학
(1993. 9. 9. 접수)

Optimization of Parameters for Simultaneous Multielemental Analysis by Atomic Absorption Spectrometry

Hyo Jin Kim†, Jong Seong Kang*
College of Pharmacy, Dongduck Women's University, Seoul 136-714, Korea
**College of Pharmacy, Chungnam National University, Daejon 305-764, Korea*
(Received Sep. 9, 1993)

요약 : 원자흡수분광법으로 여러 원소를 동시분석시 최적 조건을 찾기 위하여 연료의 종류, 연료의 양 및 버너 높이의 변화에 대해 10가지 원소의 흡광도를 측정하였다. Air-C_2H_2를 연료로 과량을 사용하고, 버너 높이가 2mm일 때 최적 흡광도를 나타내었고, 이때 10가지 원소의 상대흡광도의 평균은 73%였다.

Abstract : To find compromise experimental conditions that will allow a group of elements to be run on flame atomic absorption spectrometer without changing the burner height or gas flow rates, measurements were carried out. The optimum absorbance for simultaneous analysis of ten elements was observed at high flow rate of air-C_2H_2 as fuel and at 2mm of burner height. At the condition, 73% of mean relative absorbance were achieved.

Key words : Simultaneous multielemental analysis, Atomic absorption spectrometry optimization.

1. 서 론

무기원소의 분석법으로는 원자흡수분광기에 의한 분석법이 보편화되어 왔으나 최근에는 플라즈마에 의한 분석법이 개발되어 많이 연구되고 있다. 플라즈마 방출분광법은 원자흡수분광기의 불꽃보다 높은 온도를 사용하므로 여러 가지 화학적 방해효과가 적으며 원자흡수가 아닌 방출법의 이용으로 시료 중 여러 원소를 동시에 분석할 수 있다는 장점이 있다. 그러나 원자방출법은 방출시 나타나는 여러 스펙트럼의 간섭현상 때문에 고가의 고분리능 분광기를 사용하여야 하며, 또한 최적 조건을 얻기 위하여 세심한 주의를 기울여야 한다. 그래서 기존의 원자흡수분광법의 장점을 살리면서 가장 큰 단점 중의 하나인 다원소 동시분석을 가능하게 하기 위하여 많은 연구가 이루어지고 있다.[1,2]

연속광원과 원자흡수분광기를 결합시킨 방법은 미량원소의 동시분석에 많이 사용되고 있으며 하나의 광원을 사용하며 바탕흡수 오차를 보정할 수 있는 장점

이 있다. 단점으로는 xenon 램프의 경우 파장이 280nm 이하에서 방출선의 세기가 약해져서 검출한계가 나빠지는 점이다.[3] Florek 등[4]은 이 점을 보완하기 위하여 새로 개발된 flash lamp를 사용하여 파장이 283~228nm에 속하는 원소들을 분석하였다. Winefordner 등[5]은 흑연로(graphite furnace)에서 원자흡수분광기에 Xe 연속광원을 사용하여 19 원소를 동시에 분석하였는데, 검출기로는 photodiode array를 사용하였으며 광원을 modulation함으로써 바탕흡수에 의한 오차를 보정하였다. 다원소를 동시에 분석하기 위하여는 512~1024개의 pixels 및 장시간의 integration time을 넓은 파장(>40nm)에서 분석이 가능한 linear photodiode array(LPDA) 검출기를 주로 사용하였다. 한편, Moulton 등[6]은 연속광원 흡수분광기에서 LPDA와 photomultiplier tube(PMT) 검출기의 signal to noise비를 비교 발표하였다.

Analyte 16(Analyte Co, MedfordOR, U.S.A.)은 16개의 속빈음극램프를 빠른 속도로 회전할 수 있는 장치가 부착되어 원자흡수분광법으로 다수 원소의 동시측정을 가능케 하고, Smith-Hieftje8000 (Thermo Jarrell Ash Co. Franklin, MA, U.S.A.)는 8개의 속빈음극램프를 galvanometer 구동거울을 이용하여 선택적으로 원하는 원소를 동시에 분석할 수 있는 원자흡수분광기로서 시판되고 있다.

원자흡수분광법에서 불꽃을 사용하여 각 원소를 측정할 때에는 일반적으로 불꽃의 높이와 속빈음극램프 전류 등을 고려하여 최적 조건에서 실험을 행했다. 동시에 여러 가지 원소를 분석할 때 고려하여야 할 사항은 여러 원소들의 최적 실험조건이 비슷하여야 한다는 점이다. 만약 여러 원소들의 최적 실험조건이 상이하다면 개개의 원소에 대해서는 약간의 감도감소를 감수하고서라도 전체 원소에 대한 최적의 조건을 선택하여야 한다. 본 실험은 Ca, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Pb, Sn, V 등 10개의 원소에 대하여 이들을 동시분석할 경우 연료의 종류(air-C_2H_2 또는 C_2H_2-N_2O), 광원이 버너 위로 지나가는 거리(버너 높이), 연료의 유출속도(연료량) 등에 관한 최적 조건을 구하였다.

2. 실험방법

실험에 사용한 원자흡수분광기는 Varian Techtron AA-6로서 여러 개의 속빈음극램프를 장착할 수 있고, 이것을 빠르게 회전시킴으로써 동시에 다수의 원소를 분석할 수 있다. 실험용 용액으로는 AA용 표준용액(Ca, Co, Cu, Fe, Mg, MN, Mo, Pb, Sn, V)을 각각 3ppm으로 희석하여 사용하였다. 연료로 air-C_2H_2 또는 C_2H_2-N_2O를 사용하였고 각각에 대한 연료량은 과량(high), 보통량(medium), 소량(low)의 3단계로 하였다. 버너 높이는 air-C_2H_2의 경우 0.1mm부터 12mm까지 1mm 단위로 조절하였고, C_2H_2-N_2O의 경우 0.2mm부터 15mm까지 2.5mm 단위로 조절하였다. 최적조건의 계산에는 당시의 흡광도를 각 원소의 최적 조건에서 측정된 흡광도로 나눈 상대흡광도를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

흡광도에 미치는 영향을 세가지 인자인 연료종류, 연료량 및 버너 높이를 종합적으로 검토하여 각각의 원소에 대한 최적 조건과 그 조건에서 측정된 흡광도를 *Table* 1에 나타내었다.

이 표를 보면 각각의 원소에 대한 최적 조건이 넓은 범위에 걸쳐 있기 때문에 동시분석을 위한 공통적인 요소를 유도해 내기가 힘들다는 사실을 알 수 있다. 분석조건으로 연료 종류를 air-C_2H_2로, 연료량을 과량으로 하여 버너 높이를 변화시키면서 다섯 가지 원소에 대해서 흡광도를 측정한 결과를 *Figure* 1에 나타내었다. Ca, Mo을 제외한 대부분의 원소가 버너 높이 2~

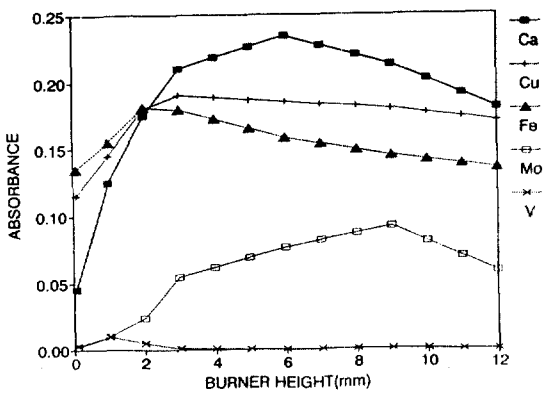

Figure 1. Effect of the burner height on absorbance at high amount of air-C_2H_2.

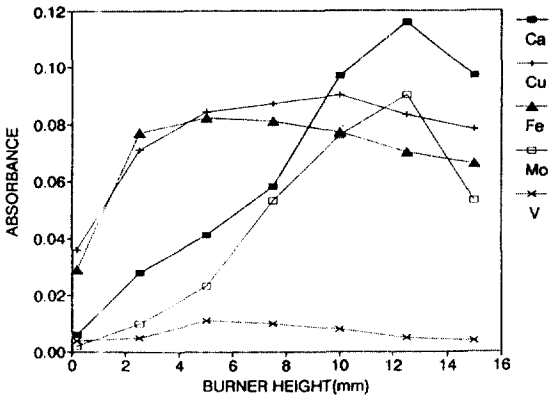

Figure 2. Effect of the burner height on absorbance at high amount of C_2H_2-N_2O.

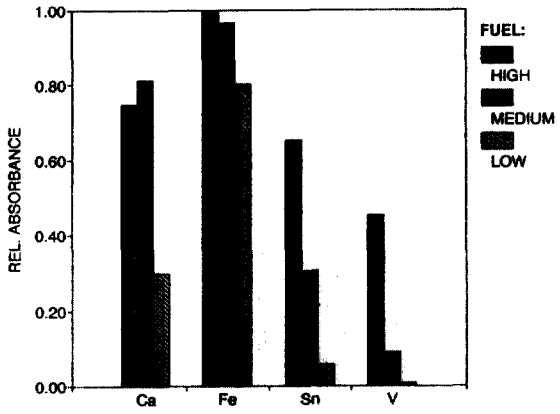

Figure 3. Effect of the gas flow rate on relative absorbance at burner height 2mm(fuel : air-C_2H_2)

5mm에서 최대 흡광을 나타내었고, V의 흡광은 1mm에서 최대이고 이후로 급격히 감소하였다. 동일한 실험을 연료의 종류만 C_2H_2-N_2O로 바꾸었을 때의 결과를 *Figure* 2에 나타내었다. Mo과 V을 제외하고는 흡광도가 air-C_2H_2인 경우의 절반 정도의 수준이었으며 버너 위치는 대부분 10~14mm 정도로 air-C_2H_2 경우와는 다른 양상을 보였다. 이상의 결과로 볼 때 동시분석시에 적절한 연료는 air-C_2H_2임을 알 수 있다.

다음으로 버너 높이를 2mm로 하고 air-C_2H_2량을 조절하면서 Ca, Fe, Sn, V에 대하여 연료량의 변화에 따른 흡광도의 변화를 관찰하였다. 측정된 흡광도를 *Table* 1의 각 원소의 최대흡광도로 나눈 상대흡광도는 *Figure* 3과 같았고, 버너 높이가 6mm일 때의 상대흡광도는 *Figure* 4와 같았다.

버너 높이에 따라 다소 차이는 있지만 연료량에 따른 상대흡광도가 Cu, Fe, Pb을 제외한 다른 원소들에 있어서 상당히 변화함을 보였다.

Figure 5는 과량의 air-C_2H_2를 연료로 사용하여 버너의 높이를 변화시키면서 10개의 원소에 대해서 측정한 상대흡광도의 산술평균과 기하평균을 비교한 것이다. 10개의 원소 중 어느 하나만이라도 상대흡광도가 아주 낮으면 그 10개 원소에 대한 기하평균이 산술평균보다 많이 감소하는 것을 고려하여 본 실험에서는 이들의 기하평균이 최대로 되는 조건인 과량의 air-

Table 1. The best condition and absorbance for each elements.

elements	wavelength	absorbance	fuel type	fuel amount	burner height
Ca	422.7	0.23	air-C_2H_2	high	6mm
Co	240.7	0.148	air-C_2H_2	low	2mm
Cu	324.7	0.23	air-C_2H_2	low	3mm
Fe	248.3	0.18	air-C_2H_2	high	2mm
Mg	279.5	0.39	air-C_2H_2	high	2mm
Mn	285.2	0.37	air-C_2H_2	medium	2mm
Mo	313.3	0.115	C_2H_2-N_2O	medium	10mm
Pb	217.0	0.148	air-C_2H_2	medium	3mm
Sr	224.6	0.345	air-C_2H_2	high	1mm
V	318.5	0.011	C_2H_2-N_2O	high	5mm

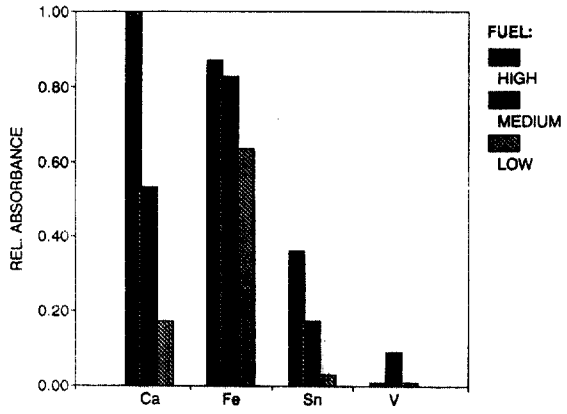

Figure 4. Effect of the gas flow rate on relative absorbance at burner height 6mm(fuel : air-C_2H_2)

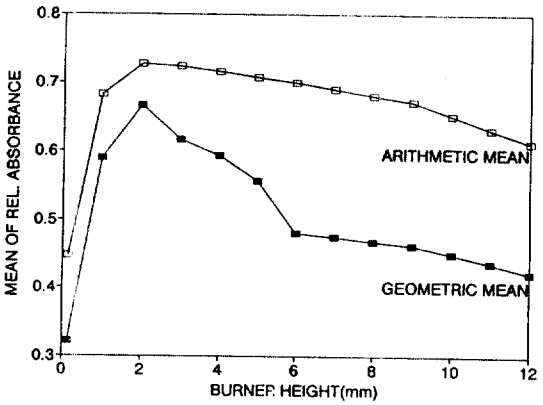

Figure 5. Arithmetic and geometric of relative absorbance of ten elements at given burner height with high flow rate of air-C_2H_2.

C_2H_2와 버너 높이 2mm를 이들 10원소에 대한 최적 조건으로 선택하였다. 이 조건으로 각 원소들을 측정하였을 때의 흡광도와 상대흡광도를 *Table* 2에 표시하였다. 이때의 상대흡광도의 평균은 0.73으로 동시분석시 73%의 효율로 정량할 수 있다는 의미이다.

Table 2. Absorbance and relative absorbance measured at potimized condition (burner height 2mm, with high low rate of air-C_2H_2).

elements	absorbance	relative absorbance
Ca	0.18	0.75
Co	0.08	0.54
Cu	0.18	0.79
Fe	0.18	1.00
Mg	0.39	1.00
Mn	0.325	0.88
Mo	0.024	0.21
Pb	0.147	0.99
Sn	0.225	0.65
V	0.005	0.45

4. 결 론

연료의 종류, 연료량, 버너 높이를 변화시키면서 불꽃원자흡광분석법으로 10가지 원소에 대하여 흡광도의 변화를 측정하였다. 그 결과 10원소에 대한 상대흡광도의 기하평균이 최대로 되는 조건인 과량의 air-C_2H_2와 버너 높이 2mm를 동시분석의 최적 조건으로 선택하였다. 이 조건으로 10가지의 원소에 대하여 73%의 효율로 동시분석이 가능하였다.

참고문헌

1. J. M. Harnly, *Anal. Chem.*, **58**, 933A(1986).
2. T. C. O'Haver, *Analyst*, **109**, 211(1984).
3. R. Fernando, C. P. Calloway, Jr., and B. T. Jones, *Anal.* **64**, 1556-1560(1992).
4. K. P. Schmidt, H. B. Ross and S. Florek, *Spectrochim Acta*, **45**(11), 1203-1210(1990).
5. B. T. Jones, B. W. Smith, and J. D. Winerfordner, *Anal. Chem.*, **61**, 1670-1674(1989).
6. G. P. Moulton and T. C. O'Haver, *J. of Anal Atom. Spectrom.*, **5**, 145-150(1990).