

미량원소 분석을 위한 GD/MS 이온원의 개발에 관한 연구

禹鎭春 · 任興彬 · 文大元 · 李光雨 · 金孝珍*

한국표준과학연구원 무기분석연구실

*동덕여자대학교 약학대학

(1992. 3. 16 접수)

Development of the Ion Source of Glow Discharge/Mass Spectrometry for the determination of trace elements

Jin Chun Woo, Heoung Bin Lim, Dae Won Moon, Kwang Woo Lee, and Hyo Jin Kim*¹

Inorg. Anal. Chem. Lab., Korea Standards Research Institute and Science, Taejeon 305-606

**Department of Pharmacy, Dong Duck Women's University, Seoul 136-714, Korea*

(Received Mar. 16, 1992)

요 약. 금속시료의 미량원소를 분석하기 위하여 jet형과 글로우방전 이온원을 제작하여 질량 분석기와 연결시킨 후 상대이온세기와 검출한계를 측정하였다. Jet형 이온원으로 구리시료의 시료 손실속도를 측정하였을 때 가스흐름속도가 0.01L/min이었을 때 0.23 mg/min이고 가스흐름이 없을 때는 0.11 mg/min이었다. 그러나 구리의 이온세기를 측정하였을 때는 두 이온원에서 큰 차이가 없었다. 여섯 개의 동합금시료의 검정곡선으로부터 구한 각 원소의 상대이온세기는 철의 0.57부터 크롬의 3.5 범위였다. Jet형 이온원으로 4mA, 1000V 방전시 순수 구리시료의 각 원소에 대한 검출한계는 0.9 ppm 에서 2 ppm 수준으로 나타났다.

ABSTRACT. Analytical detection limits and Relative Ion Yield (RIY) by a jet type ion source glow discharge mass spectrometer(GD/MS) have been measured. With a jet type ion source, the sample loss rate for a Cu sample is 0.23 mg/min with 0.1 L/min gas flow rate and 0.11 mg/min with no gas flow rate. However, the ion intensity of Cu does not change significantly with the variation of the gas flow rate. The RIY values obtained from the calibration curves of the six copper based standards were between 0.57 of Fe and 3.5 of Cr. The detection limits of most elements were in the range of 0.9 and 2.0 ppm when the glow discharge was operated at 4 mA, 1000V.

Key Words : GD/MS, Jet type ion source, Grimm type ion source, Flat type sample

1. 서 론

고체시료를 직접 분석하는 방법으로서 질량분석방법은 여러 원소를 동시에 분석할 뿐만 아니라 검출한

계가 ppb 수준으로 매우 낮고 감도가 좋기 때문에 소재 중의 미량원소 분석에 많이 사용되고 있다. 그동안 질량분석법의 들뜸원으로 사용되던 스파크원(Spark Source)은 감도가 좋으며 이온화율도 높고 여러 형태

의 시료를 분석할 수 있는 장점이 있으나 들뜸원의 불안정성 때문에 안정성이 우수한 여러 가지 다른 종류의 이온원으로 대체되고 있다. 최근에 고체시료의 미량 원소분석에 많이 사용되는 질량분석법으로는 글로우방전 질량분석법(Glow Discharge Mass Spectrometry, GDMS)을 비롯하여 2차 이온 질량분석법(Secondary Ion Mass Spectrometer, SIMS) 및 레이저에 의한 고체시료의 원자화-유도플라즈마 질량분석법(Laser Ablation-Inductively Coupled-Mass Spectrometry, LA-ICPMS) 등이다.

최근 글로우방전 질량분석법은 이온원의 안정성이 우수하고 감도가 높아 많은 연구가 되고 있다. Coburn¹ 등은 글로우방전 질량분석기를 이용하여 고체시료 및 박막분석을 하였고, Harrison² 등은 최초로 사중극자 질량분석기를 이용하여 직류전원 글로우방전 질량분석기를 개발하였다. 그 이후 Harrison^{3,4} 등의 해설논문들 기점으로 새로운 형태의 이온원에 관한 연구^{5,6}, 이온원과 질량분석기의 연결연구 및 여러 형태의 소재에 관한 응용연구에 대한 많은 논문이 최근에 발표되고 있다. 글로우방전 질량분석기에 이용되는 이온원은 형태에 따라 pin형, 방출분광분석에 사용되는 것과 같은 Grimm형^{7,8}, 속빈 음극형(Hollow Cathode Lamp)⁹, Cathode Plume¹⁰ 및 Anode Plume형 등으로 나뉜다. 글로우방전에 이용되는 전원의 종류에 따라 직류 방전형과 고주파 방전형으로 나뉘며, 고주파 방전은 비전도성 소재의 분석을 위한 이온원으로 많이 연구^{5,6}가 되고 있으며 통상 직류방전 형식이 질량분석법에 주로 이용되고 있다.

그간 본 연구실에서는 pin형 글로우방전 질량분석기를 자체 개발하였으며^{11,12}, pin형인 경우 신호의 불안정성과 시료가공의 어려움 등으로 인하여 flat 형태의 시료를 장착할 수 있는 이온원을 개발하였다. Flat형 이온원의 장점은 고체시료를 별다른 가공 없이 한쪽 면만 진공을 유지할 수 있도록 샌드케이프로 연마한 후 분석할 수 있으며, sputtering되는 넓이가 항상 일정하기 때문에 안정하고 재현성 있는 방전을 일으킬 수 있다. Flat형 이온원의 종류로는 Grimm에 의하여 개발된 형태와 Piepmeier 등에 의하여 개발된 jet형으로 나뉜다. Piepmeier^{13,14} 등에 의하여 개발된 jet형태는 원자 흡수용 글로우방전장치로 개발된 Atom source를 변형하여 유도결합 플라즈마 질량분석기의 ICP 대신

에 장착한 것으로 지르코늄시료를 분석하였을 때 ppb 수준의 검출한계를 얻었다. Jet형 글로우방전장치는 가스흐름의 영향으로 sputtering된 시료가 재흡착되는 것을 유효하게 막아 주며 이온화된 시료가 질량분석기 안으로 추출되도록 도와 준다. 본 연구에서는 jet형 이온원을 제작하여 질량분석기에 연결하여 이온원의 최적화에 관한 연구를 수행하였으며, 연구결과 질량분석기 펌프의 용량부족으로 감도가 떨어지므로 새로운 형태의 이온원을 설계제작 후 최적화 연구 및 시료분석에 관한 연구를 수행하였다.

2. 실험

2-1. 질량분석 시스템

본 실험에 이용된 GD/MS의 진공체계, 질량분석기 및 이온광학계는 이미 여러 논문^{12,13}에 상세히 기술한 바와 같다. 진공시스템은 크게 두 부분으로 나뉘며, 글로우방전에 의한 이온원이 있는 곳은 600L/sec 확산펌프를 사용하였고, 사중극자 질량분석기가 있는 곳은 170L/sec 확산펌프를 사용하여 전체적으로 1×10^{-6} mbar를 유지시켰다. 자체 제작한 글로우 방전관으로부터 추출된 이온들은 추출전극을 통과 후 VG사(영국)의 이온 광학계, Electron Impact Ion Source (EI), Cylindrical Mirror analyse (CMA) 및 사중극자 질량분석기를 통과한다. 사중극자를 통과하여 분리된 이온은 Channel Electron Multiplier에 도착하여 전기적인 펄스신호로 나타난다. 이 펄스신호는 펄스 측정방식에 의해 누산되어 이온세기로 사용된다.

2-2. 이온원의 제작

실험에 사용된 jet형 형태의 이온원은 Fig. 1과 같다. 시료는 외부에서 삽입하여 O-ring으로 음극부분과 진공을 유지하도록 하였고 방전시 시료의 뜨거워짐을 방지하기 위하여 냉각수를 순환시켰다. A는 전기적으로 절연체이며, 신축성이 전혀 없는 가공성 세라믹(Macor)으로서 양극과 음극의 거리를 정확히 유지시키고, 시료 중 sputtering되는 부분을 결정지워 준다. 이 장치의 핵심 부분의 하나인 B는 구리로 되어 있으며 가스의 흐름을 위하여 6개의 작은 홈(0.2mm×0.2mm)을 파서 이곳을 통하여 빠른 속도의 가스가 시료에 충돌하도록 되어 있다. 가스가 시료 표면과 충돌하는 각도

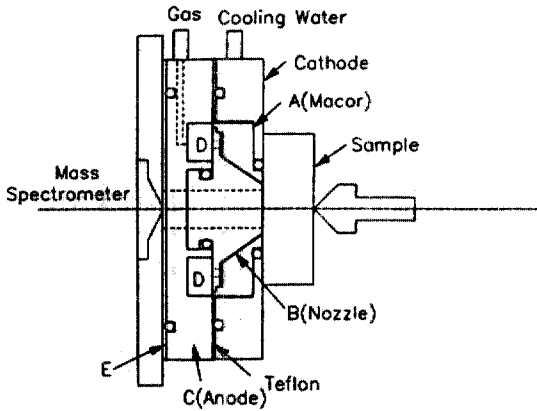


Fig. 1. Schematic diagram of a gas-jet enhanced sputtering ion source.

는 60도이며 방전관 안의 압력이 5 torr인 경우 가스흐름속도는 계산에 의하면 10^4cm/s 정도이다.¹⁵ 기존의 Atom source인 경우 세라믹 부분과 흡이 파여 있는 구리 nozzle과의 거리가 가스흐름의 양을 결정지워 주었으나 시료를 바꾸어 장착할 경우 세라믹부분과 nozzle이 움직임으로 인하여 재현성 있는 방전 형태를 가져오지 못하였다. 따라서 본 장치에서는 nozzle을 몸체에 고정하도록 설계하여 시료를 바꾸어 장착하더라도 재현성 있는 방전형태가 얻어질 수 있도록 하였다. C는 몸체부분으로 양극과 연결되어 있으며 외부에서 가스를 D의 작은 흡까지 이동할 수 있도록 고안되었다. E는 몸체부분과 질량분석기를 절연시키기 위하여 테프론을 삽입하였다. Jet형 이온원을 질량분석기에 연결하여 분석하였을 때 펌프 용량부족으로 인하여 가스흐름의 양을 증가시킬 수가 없었고, 따라서 원자흡수용 글로우방전 시스템에서 얻어졌던 형태의 sputtering 형태를 얻을 수 없을 뿐만 아니라 sputtering되는 시료의 양이 적어 최종적으로 질량분석기 안으로 추출되는 이온의 양이 적어 감도가 떨어졌다. 따라서 sputtering되는 양이 적더라도 충분한 감도를 얻기 위하여 jet 형태의 구조를 가지면서 시료와 질량분석기의 입구까지의 거리를 최소화하도록 Fig. 2처럼 이온원을 변형하여 설계 제작하였다. 먼저 글로우방전의 음극부분을 없애고 음극에 설치하던 냉각수를 시료 지지대쪽에서 흐를 수 있도록 고안하여 최소한 1.0cm의 거리를 단축시켰다.

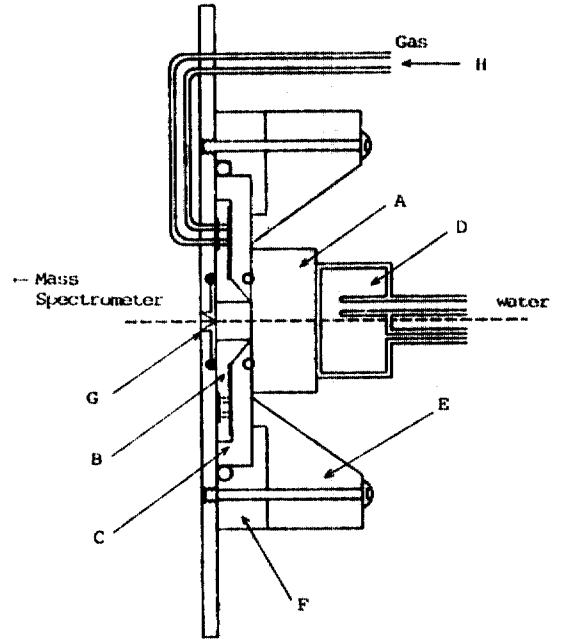


Fig. 2. Schematic diagram of a modified sputtering ion source for the glow discharge mass spectrometry. A; Sample Cathode, B; Anode, C; Macor, D; Cooling Block, E; Teflon, F; Unit Holder, G; Sampling Hole, H; Gas Line.

보통 가스 주입구 및 양극부분으로 사용되는 몸체 부분을 없애고 양극을 질량분석기의 sampling hole로 대신하였으며, 가스는 질량분석기쪽에서 주입될 수 있도록 함으로써 0.5cm의 거리를 단축할 수 있었다. 따라서 본 글로우방전 이온원은 Macor로 된 arrestor 부분과 가스흐름을 결정지워 주는 구리로 만든 nozzle 부분으로만 이루어져 음극과 질량분석기 시료 추출 부분과의 거리를 1.0cm 이하로 줄일 수 있었다. 본 실험에서 거리를 더욱 줄여야 할 경우에는 길이가 다른 여러 형태의 sampling cone을 제작하여 이온원을 변형하지 않고서도 실험을 할 수 있도록 하였다. 시료를 외부에서 재현성 있게 이온원에 장착하기 위하여는 테프론으로 된 시료 장착 지지대를 설치하였으며 각도가 조금 어긋나더라도 정확한 위치에 장착될 수 있도록 고안하였다.

2-3. 실험조건

사용한 시료는 한국표준과학연구원의 동합금 표준

시료 KSS 1121-1126 및 순수구리 시료 KSS 1101을 사용하였다. 이러한 시료는 $\phi 35 \times 20\text{mm}$ 의 원통형 시료이며 표면을 180번 알루미늄 벨트 연마기로 연마하여 분석하였다. 안정한 측정치를 얻기 위하여 방전 후 20분 후에 측정치를 분석에 이용하였으며 분석에 이용한 질량분석기의 일반적인 실험조건은 Table 1과 같다. 사용한 분위기 가스는 고순도 아르곤가스로 국내 삼우가스로부터 구입하여 사용하였다.

Table 1. Operating conditions of the glow discharge mass spectrometer

Glow Discharge	Voltage	-1000 V
	Current	4 mA
	Sampler Voltage	+40 V
Ion	Sampler-orifice distance	6 mm
Extraction	Skimmer hole size	0.7 mm
	Sampler Orifice	0.4 mm
Pressure	Glow Discharge Chamber	1 mbar
	Quadrupole chamber	3×10^{-5} mbar
Mass Spectrometer	Energy window (CMA)	40.5 V
	Ion Energy	30 V

3. 결과 및 고찰

3-1. 이온원에 따른 방전형태

글로우방전 질량분석기로 한쪽 면이 평평한 고체시료를 직접 분석하기 위한 이온원으로는 지금까지 Grimm형 이온원과 jet형 이온원이 개발되었으며, jet형 이온원은 방전가스를 $0.2 \times 0.2\text{mm}$ 통로를 통하여 시료 표면에 60도로 흘려보내 준다. 따라서 jet형 이온원인 경우 방전시 시료가 sputtering된 후 시료 표면이나 전극에 redeposition되는 것을 효과적으로 막아 준다. jet형 이온원을 설계 제작한 후 구리시료를 Fig. 1의 이온원에 장착한 후 질량분석기에 연결하고 방전을 시켰을 때 시료 표면의 형태는 원자흡수용 글로우방전원에서 시료를 방전시켰을 때와 동일하게 가스 흐름을 증가시켰을 때 가스흐름이 직접 부딪히는 곳에 sputtering이 현저하였다.

3-2. 시료손실속도 및 이온세기

글로우방전 질량분석기에서 측정원소들의 신호세기 및 안정도는 시료가 sputtering에 의하여 원자화되어 방전관에서 Penning 이온화 및 전자충돌 이온화에 의하여 이온화된 후 질량분석기 안으로 추출되어 검출기에 도달할 때까지의 복잡한 과정에 달려 있다. 그 중 가장 중요한 부분 중의 하나는 시료가 sputtering에 의하여 원자화되는 부분이다. Jet형 이온원에서 방전 변수들에 대한 sputtering 및 이온측정세기의 관계를 연구하기 위하여 시료 손실속도, 즉 단위시간당 방전 전후 시료의 무게차이를 분석저울을 이용하여 측정하였다. Fig. 3은 1mbar와 8mbar에서 방전 전류의 변화에 대한 시료손실 속도를 각각 측정한 값인데, 일반적으로 원자방출형으로 사용되는 글로우방전의 실험조건에 비하여 낮은 전류 및 압력에서 작동시키므로 무게 측정에 따른 오차를 줄이기 위하여 방전 시간은 30분으로 하였다. 방전압력이 8mbar인 경우 방전 전류를 4mA에서 12mA로 증가시켰을 경우 시료손실 속도는 0.01mg/min에서 0.03mg/min으로 증가하며, 1mbar인 경우 동일 전류의 변화에 대하여 0.01mg/min에서

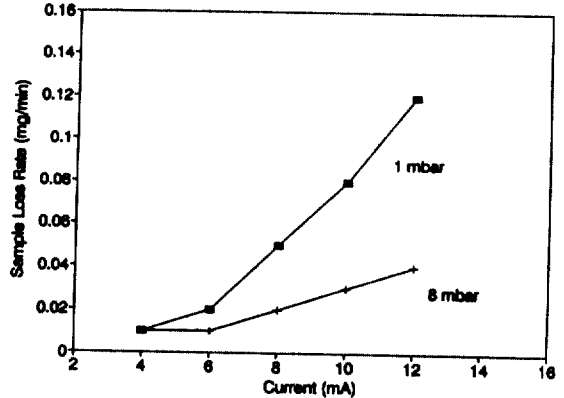


Fig. 3. Sample loss rate loss vs sputtering current at 1 mbar and 8 mbar, 0.2 L/min.

0.12mg/min으로 급격하게 증가한다. 그 이유는 Fig. 4에서 압력변화에 대한 전류와 전압의 관계를 보면 8mbar에서는 전류의 변화에 대하여 전압의 변화가 거의 없는 normal 글로우영역이며 1mbar에서는 글로우방전에서 전류의 변화에 대하여 전압의 변화가 급격히 일어나는 abnormal 글로우영역으로 sputtering이 가장

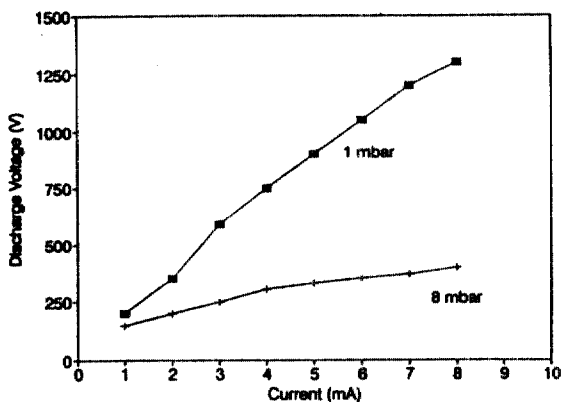


Fig. 4. Voltage/Current characteristic curves in glow discharge ion source.

현저히 일어난다. jet형 이온원을 최적화하였을 때 1mbar의 압력에서 KSS 1126의 구리, 아연, 망간의 이온세기를 Fig. 5와 같이 전류의 크기를 변화하면서 측정하였다. 일반적으로 전류를 증가시키면 이온세기가 모두 증가하지만 4mA 부근에서 증가하는 속도가 크게 둔화된 것으로 나타나고 있다. 전류의 양을 증가시키면 sputtering되는 양이 증가하고 방전관 내부에 sputtering되는 입자의 redeposition 효과가 크기 때문에 방전관 내부가 크게 오염되는 것을 막기 위해 4 mA에서 분석을 하였다. 또한 jet형과 Grimm형이 0.11mg/min으로 jet형이 2배 이상 많으나 질량분석기와 연결 후 최적조건에서 이온의 세기를 측정하였을 때는 큰 차이

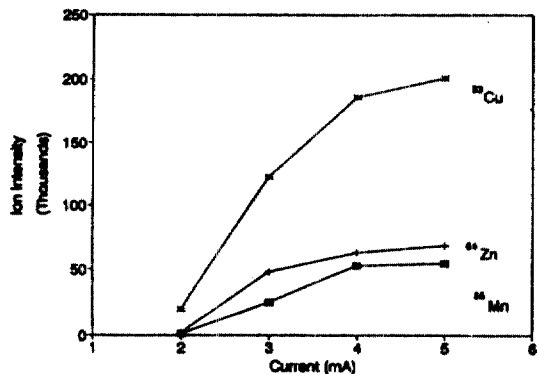


Fig. 5. Effect of discharge current on ion intensities of three elements with copper alloy sample (1000V discharge voltage, 40 V sampler voltage, -280 V skimmer voltage).

가 없었다. 이는 글로우방전 질량분석기에서 이온 신호의 세기는 시료주입에서 뿐만 아니라 시료와 질량분석기 입구까지의 거리, sampling cone 구멍의 크기, 기타 이온추출 메카니즘 등 여러 변수가 모두 최적화되어야 한다는 것을 보여준다.

3-3. 질량스펙트럼

Fig. 2의 이온원을 가진 GD/MS 시스템을 이용하여 질량스펙트럼과 미량분석의 가능성을 조사하기 위하여 KSS 1126의 동합금 표준시료의 스펙트럼을 구하였다. 이때의 실험조건은 Table 1과 같고 1~100 amu 질량 범위의 스펙트럼을 구한 것은 Fig. 6과 같다. 그림 중에서 먼저 방전가스에 의한 피크를 살펴보면 ⁴⁰Ar, ⁴⁰Ar¹H⁺, ⁴⁰Ar²가 매우 높게 나오고 있으며 ⁴⁰Ar⁴⁰Ar에 의한 피크도 관찰할 수 있다. 시료 중의 주성분은 구리가 62.6%, 아연은 29.9%이며, ⁶³Cu⁺, ⁶⁵Cu⁺와 ⁶⁴Zn⁺, ⁶⁸Zn⁺, ⁶⁶Xn⁺가 동위원소비로 나오고 있다(동위원소비 ⁶³Cu, ⁶⁵Cu는 각각 69.2와 30.8의 비율이며 ⁶⁴Zn, ⁶⁶Zn, ⁶⁷Zn, ⁶⁸Zn의 자연 동위원소비는 48.9, 27.8, 4.11 및 18.6 이다). KSS 1126에 존재하는 다른 원소의 농도는 알루미늄(3.01%), 철(0.037%), 주석(0.011%), 니켈(0.317%), 망간(2.84%), 크롬(0.090%) 및 규소(1.23%) 등이며 Fig. 6의 스펙트럼을 분석하여 보면 ²⁷Al, ⁵²Cr, ⁵⁵Mn, ⁵⁶Fe 및 ⁶⁰Ni 등의 peak들을 관찰할 수 있다.

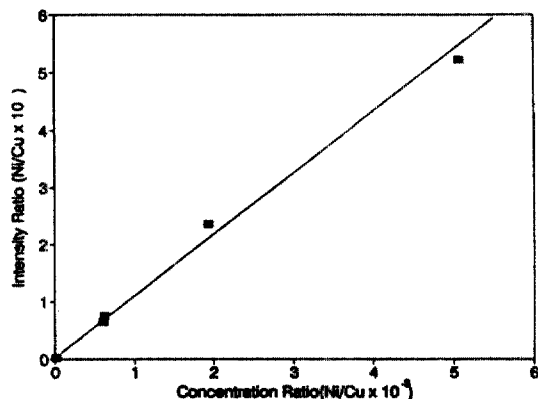


Fig. 6. Glow discharge mass spectrum of KSS 1126 Brass SRM(Cu 62.6%, Zn 29.9%).

3-4. 상대이온세기측정

글로우방전 질량분석기로 고체시료 중 미량원소를 정량분석하기 위하여는 표준시료를 사용하여 검정곡선을 작성한 후 미지시료의 이온세기로부터 미지원소의 함량을 측정하는 방법과, 표준시료를 사용하여 원소들의 농도에 대한 상대 이온세기, 즉 Relative Ion Yield(RIY)를 측정 후 미지 시료에 적용하는 방법이 있다. 특히 글로우방전 질량분석기는 sputtering에 의하여 시료가 원자화되고 Penning ionization이나 electron impact ionization에 의하여 중성원자가 이온화되어 매질효과가 적어 상대적으로 비슷한 RIY값을 가지므로 많이 응용이 되고 있다.

시료를 구성하는 매질 M 중에 존재하는 X 성분의 일반적인 RIY는 식 (1)과 같이 구할 수 있다.

$$RIY = \frac{(I_M/I_X)}{(C_X/C_M)} \quad (1)$$

where C : Concentration

I : Ion intensity

여기에서 M은 구리를 나타내고, RIY 값은 검정선의 기울기와 같은 식이 된다. 일반적으로 RIY 값은 2 point 검정곡선법을 사용하지만, 보다 정확한 결과를 구하기 위하여는 농도가 다른 여러 종류의 표준 시료를 사용하여 검정곡선을 작성한 후 기울기를 구하여야 한다. 따라서 표준시료인 KSS 1121-KSS 1126의 시료를 이용하여 철, 니켈, 주석, 망간, 알루미늄 및 크롬의 검정선을 농도에 따라 각각 작성하였다. Table 2는 한

국표준과학연구원에서 제작한 동합금표준시료인 KSS 1121-KSS 1126에 포함되어 있는 미량원소의 함량이다. 이들 시료를 사용하여 검정곡선을 작성하였을 때 농도비(매질원소, 구리농도에 대한 비)와 이온세기비(매질원소, 구리이온강도에 대한 비)가 대부분의 원소의 경우 좋은 직선성을 보여주고 있다. 한 예로 니켈의 검정곡선을 Fig. 7에 나타내었다. 작성된 검정선의 기울기를 이용하여 크롬, 망간, 철, 니켈 및 알루미늄의 RIY값을 구하여 Table 3에 나타내었다. RIY값은 0.57에서 3.5 사이로 큰 변화가 없는 것을 알 수 있다.

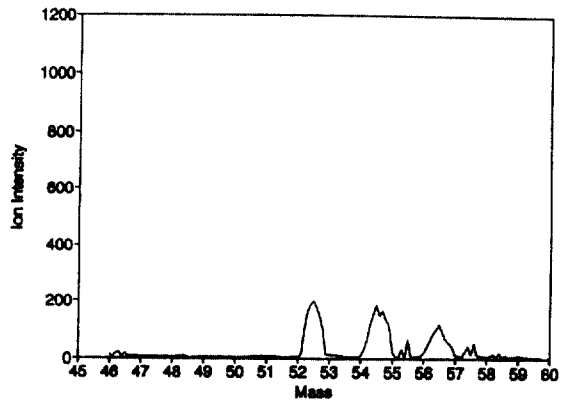


Fig. 7. Calibration curve of nickel (copper alloy standard sample).

미량원소분석을 할 수 있는 분석기기를 제작하였을 때 검출한계를 구하는 것은 필요하며, 이를 위하여

Table 2. Certified values of KSS copper-base alloy series

(단위 : wt. %)

SRM No.	Cu	Zn	Pb	Fe	Sn	Ni	Mn	Al	Cr	Si
KSS 1121	64.19	33.75	0.005	0.002	0.001	0.001	0.000	0.001	0.000	0.000
KSS 1122	60.21	39.76	0.007	0.002	0.002	0.001	0.000	0.002	0.000	0.000
KSS 1123	60.50	36.28	2.96	0.117	0.061	0.038	0.001	0.006	0.000	0.000
KSS 1124	58.86	37.30	3.24	0.123	0.299	0.114	0.001	0.016	0.000	0.000
KSS 1125	58.25	39.46	2.04	0.049	0.073	0.036	0.001	0.007	0.000	0.000
KSS 1126	62.56	29.87	0.025	0.037	0.011	0.317	2.84	2.99	0.090	1.23

Table 3. Relative ion yield and detection limits of GD/MS system

	Cu	Zu	Fe	Ni	Mn	Al	Cr
RIY	1	0.62	0.57	1.03	2.9	2.7	3.5
D.L. (ppm)	-	0.9	2	2	2	2	1

KSS1101 순수 동합금 표준시료를 사용하여 각 원소스펙트럼 주위에서 바탕선 이온강도를 측정하고 식 (2)와 RIY값을 이용하여 검출한계를 구하였다.

$$D. L = 2 \times 8 \times \frac{1}{(RIY)} \frac{C_M}{I_M} \quad (2)$$

D.L. : 검출한계

RIY : relative ion yield

B : 바탕선 이온세기의 표준편차

I_M : 매질원소의 이온세기

C_M : 매질원소의 농도

이와 같이 구한 각 원소의 검출한계를 Table 3에 나타내었으며, 순수 동합금 표준시료 KSS 1101(Fe 20ppm, Mn < 0.07 ppm, Cr < 0.6 ppm, Ni < 0.6 ppm 및 Al < 6ppm)의 스펙트럼을 Fig. 8에 나타내었다. 이 스펙트럼의 이온세기 측을 확대하면 바탕선 스펙트럼의 이온세기가 원소에 따라 10~30 정도로 나오며 식 (2)에 따라 계산하면 대개의 원소의 경우 Table 3

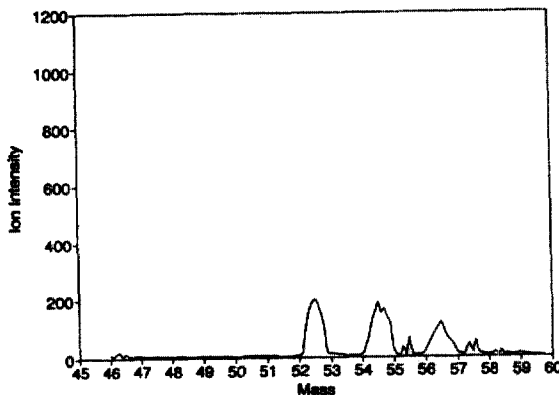


Fig. 8. GD/MS spectrum of KSS 1101 (Fe 20, Mn < 0.07, Cr < 0.6, Ni 6, Al < 6 ppm).

과 같이 검출한계가 수 ppm 정도인 것을 알수 있다. ⁵⁶Fe, ⁵⁵Mn, ⁵⁸Ni의 경우 농도에 따라 작은 피크가 나오나 크롬의 경우 ⁵⁰Cr, ⁵²Cr, ⁵³Cr 및 ⁵⁴Cr의 자연 존재비가 각각 4.35, 83.8, 9.5 및 2.36인데 비하여 50, 52, 53 및 54 amu의 동위원소비가 자연존재비와 같지 않다. 이것은 분자 이온에 의한 간섭이라 생각되며, 이와 같은 현상은 알루미늄 등 다른 원소의 미량 원소에서도 발견되고 있다. 따라서 본 이온원에 의한 검출한계는 ppm 수준이나 원소에 따라 분자이온 등의 간섭 현상이 있으므로 잔류기체의 제거 및 아르곤가스의 순도를 높여야 할 것으로 여겨진다.

4. 결 론

전도성 시료의 미량원소를 분석하기 위하여 jet형 및 Grimm형 글로우방전 이온원을 제작하여 GD/MS 시스템을 제작하였고 최적조건을 갖춘 이온원을 선택하였다. Jet형 이온원과 Grimm형 이온원을 이용하여 방전조건을 변화시키면서 시료손실량을 측정하였으며 각 이온원의 방전 특성을 조사하였다. KSS 1121-1126의 동합금 표준시료를 가지고 주성분의 검정곡선을 작성하여 대부분의 원소에서 좋은 직선성이 나타났으며 KSS 1121 순수 동시료의 바탕선 스펙트럼으로부터 각 원소의 검출한계를 구하였다. 원소에 따라 수 ppm의 검출한계를 나타냈고, 몇 개의 원소에서는 분자이온의 간섭스펙트럼이 측정되었으며, 따라서 진공시스템의 잔류가스나 분위기 가스인 아르곤가스의 순도를 높일 필요성을 발견하였다.

인 용 문 헌

1. J. W. Coburn, W. W. Harrison, *Appl. Spec. Rev.*, **17**, 95 (1981).
2. W. W. Harrison, B.L. Bentz, *Anal. Chem.*, **51**, 1853 (1979).
3. W. W. Harrison, B. L. Bentz, *Prog. Analyt. Spectrosc.*, **11**, 53 (1988).
4. W. W. Harrison, K. R. Hess, R. K. Marcus and F. L. King, *Anal. Chem.*, **58**, 341A(1986).
5. D. C. Duckworth, R. K. Marcus, *Appl. Spectrosc.*, **44**, 649 (1990).
6. D. C. Duckworth, R. K. Marcus, *Anal. Chem.*, **61**, 1879 (1989).

7. N. Jakubowski, K. Stuewer, W. Vieth, *Anal. Chem.*, **59**, 1825 (1987).
8. N. Jakubowski, D. Stuewer, G. Toelg, *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.*, **71**, 183 (1986).
9. E. H. Daughtrey, D. L. Donohue, P. J. Slevin, W. W. Harrison, *Anal. Chem.*, **47**, 683 (1975).
10. R. K. Marcus, F. L. King, Jr. W. W. Harrison, *Anal. Chem.*, **54**, 972 (1986).
11. K. B. Lee, D. W. Moon, K. W. Lee, *Bull. Korean Chem. Soc.*, **6**, 524 (1989).
12. K. B. Lee, H. J. Kim, C. J. Park, D. W. Moon, K. W. Lee, *Analytical Science & Technology*, **3**, 215 (1990).
13. H. J. Kim, E. H. Piepmeier, G. L. Beck, G. G. Brumbaugh, and O. T. Farmer, III, *Anal. Chem.*, **62**, 639 (1990).
14. H. J. Kim, E. H. Piepmeier, G. L. Beck, G. G. Brumbaugh, and O. T. Farmer, III, *Anal. Chem.*, **62**, 1368 (1990).
15. D. S. Gough, *Anal. Chem.*, **48**, 1926 (1976).