

Application News

J112K

Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, ICPE-9820

ICPE-9820을 이용한 철강 시료 중 주성분 및 미량 원소의 동시 분석

Simultaneous Analysis of Trace and Major Elements in Iron and Steel by ICPE-9820

■ 서론

철(iron)과 강(steel)은 일상용품 뿐만 아니라 다양한 공업 제품 등 모든 분야에서 사용되는 가장 일반적인 재료 중 하나입니다.

제품에 포함된 원소의 종류와 양에 따라 강도, 열 및 내식성과 같은 특성이 달라지며, 철과 강의 종류도 다양하게 나뉘어지기 때문에 제조 공정 및 품질 관리는 매우 중요합니다. 이러한 특성을 결정하는 원소들의 농도는 수 ppm에서 수십 퍼센트 수준에 이르기까지 광범위하기 때문에 함량 분석을 위해서는 넓은 분석 범위와 함께 높은 감도를 나타내는 분석 기기가 필요합니다.

본 뉴스레터에서는 시마즈 ICPE-9820 동시분석형 유도결합 플라즈마 원자발광분광기(이하 ICP-AES)를 이용하여 철과 강 표준시료의 원소분석을 실시하였습니다. ICPE-9820은 양방향 측광(Axial/Radial)을 통해 마이크로 수준으로 존재하는 원소부터 주성분 원소까지 동시에 분석이 가능합니다.

■ 대상 시료

일본철강연맹(Japan Iron and Steel Federation, JISF)에 의해 인증된 표준시료(CRM)를 이용하였습니다.

- JSS154-12 (low alloy steel)
- JSS650-5 (SUS430, ferritic stainless steel)
- JSS651-12 (SUS304, austenitic stainless steel)

■ 시료 전처리

- (1) 시료 1 g에 왕수를 넣고 가열 용해 한 용액을 여과지를 이용해 여과하였습니다.
- (2) 여과지 상의 잔류물은 알칼리 용제(sodium carbonate: sodium tetraborate = 2:1)와 혼합하여 용융 처리 후, 용융물은 염산으로 재용해 하였습니다.
- (3) (2)의 용액을 (1)의 여과액과 혼합하고, 용액 내 농도가 5.4%(w/v)가 되도록 타르타르산을 첨가한 후, 정제수를 이용해 부피를 200 mL로 하였습니다. 이를 분석용 시험용액으로 하였습니다. 이때, 내부표준원소로서 이트륨(Y)을 100 mg/L 농도가 되도록 첨가하였습니다.

■ 검정곡선 작성용 표준용액의 조제

고순도의 철(99.99 % 이상)을 시료와 동일한 방법으로 용해 하였으며, 이 용액에 분석원소 표준원액을 단계적으로 첨가하여 검정곡선 작성용 표준용액을 조제 하였습니다.

■ 분석 기기와 조건

측정은 시마즈 ICPE-9820 동시분석형 ICP-AES를 사용 하였으며, 측정 조건은 표 1과 같습니다.

ICPE-9820은 고감도 분석을 위한 Axial 측광과 고농도 분석을 위한 Radial 측광을 자동으로 전환하면서 분석 진행이 가능하기 때문에 매우 넓은 정량 범위를 제공합니다. 또한 수직 방향의 플라즈마 토치는 잠재적인 메모리 효과를 줄입니다.

이러한 특징 덕분에 하나의 분석 목록 내에서 미량의 원소부터 고농도의 주성분 원소까지 분석이 가능합니다. 또한 저함금강과 스테인리스강의 경우처럼 동일한 원소가 매우 다양한 범위의 농도로 존재하는 시료군도 동시에 분석이 가능합니다.

표 1. ICP-AES 분석 조건

Instrument	: ICPE-9820
Radio frequency power	: 1.2 kW
Plasma gas flowrate	: 14 L/min
Auxiliary gas flowrate	: 1.2 L/min
Carrier gas flowrate	: 0.7 L/min
Sample introduction	: Nebulizer 10
Spray chamber	: Cyclone chamber
Plasma torch	: Torch for high salt concentration
Observation	: Axial(AX) / Radial(RD)
Measurement time	: 220 s / Sample (Including rinse time)

■ 분석

정량분석은 내부 표준 원소를 이용하여 간섭을 보정하고 검정 곡선법으로 진행 하였습니다. 정량 값을 검증하기 위해 고농도능의 순차형 ICP-AES(Shimadzu sequential-type model ICPS-8100)로 인증 값이나 기준 값이 없는 원소를 교차 확인 하였습니다.

■ 분석 결과

표 2는 고농도 시료를 측정된 직후에 얻은 바탕 시료의 값을 보여줍니다. 이를 통해 내부 기기 오염(메모리 효과)이 상당히 낮다는 것을 알 수 있습니다. 고농도의 니켈과 크롬을 함유한 스테인리스강 시료를 측정된 직후, 저농도의 니켈과 크롬이 포함된 저함금강 시료를 측정된 경우에도 메모리 효과로 인한 분석 오차는 확인되지 않았습니다.

그림 1은 니켈과 크롬의 검정곡선을 보여줍니다. 플라즈마 관측 방향 및 측정 파장을 변경하여 동일한 원소에 대해 서로 다른 농도 범위에서 검정곡선을 작성할 수 있습니다. 따라서 시험 용액을 다시 준비하거나 희석하지 않고도 광범위한 농도에서 정량 분석을 수행할 수 있습니다.

농도에 따른 검정 곡선을 소프트웨어가 자동으로 선택하므로 분석 완료 후 결과를 산출하는 데 필요한 시간을 단축할 수 있을 뿐만 아니라 개인의 실수로 인한 분석 오류를 줄일 수 있는 장점이 있습니다. 분석 결과는 표 3에 정리하였습니다. 대부분의 원소에서 인증 값(또는 ICPS-8100을 이용해 확인된 결과)과 일치하는 양호한 결과를 얻었습니다.

■ 결론

ICPE-9820을 이용하면 다양한 유형의 철 및 강 시료를 효율적이고 정확하게 분석할 수 있습니다.

■ 참고 문헌

1) JIS G1258-3:2014 (Iron and Steel – ICP Atomic Emission Spectrometric Method – Part 3: Determination of Various Elements – Decomposition with Acids and Fusion with Sodium Carbonate)

표 2. 고농도 시료 주입 후의 바탕 시료 측정 결과(메모리 효과 확인) (단위: mg/L)

시료 종류	Ni	Cr
고농도 시료	1000 (20 wt%)	2000 (40 wt%)
고농도 시료 측정 직후 측정된 바탕 시료	0.003 (0.00006 wt%)	0.016 (0.00032 wt%)

* Note: 괄호 안의 값은 시료(고체)의 농도로 산출한 수치입니다.

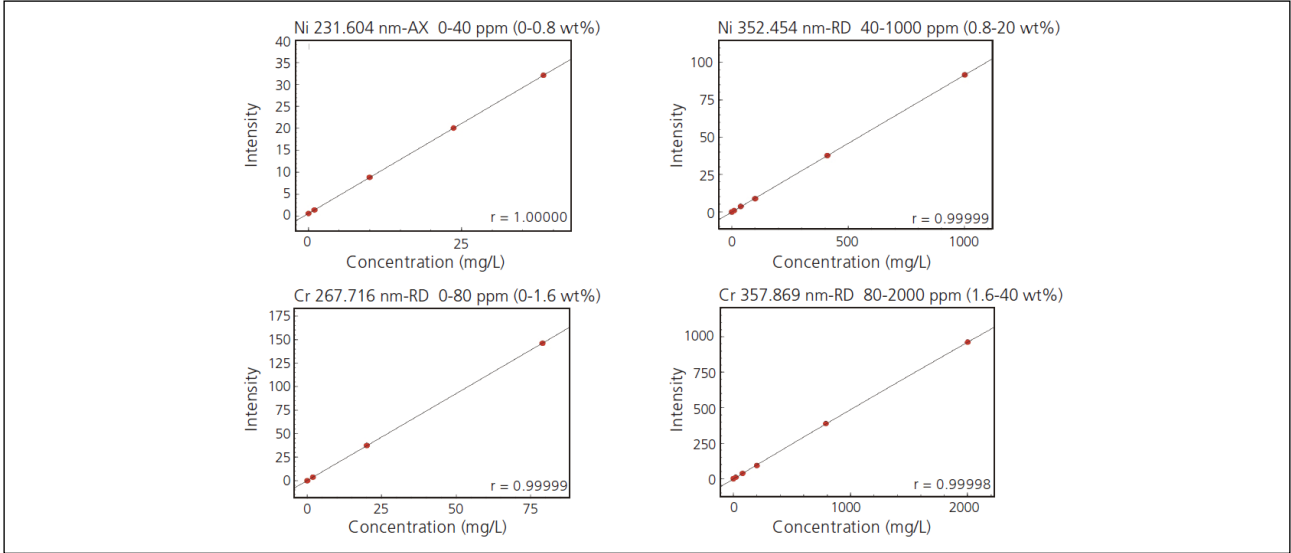


그림 1. 니켈(Ni)과 크롬(Cr)의 농도 범위 별 검정곡선

표 3. 철 및 강 인증표준물질(CRM) 시료의 분석 결과 (단위: wt%)

시료명	JSS154-12				JSS650-5			JSS651-12		
	검출한계 ¹⁾	분석 결과	표준 편차 ²⁾	인증 값	분석 결과	표준 편차	인증 값	분석 결과	표준 편차	인증 값
Si	0.0002	0.623	0.002	0.61	0.325	0.002	0.32	0.671	0.002	0.69
Mn	0.00002	1.156	0.003	1.16	0.443	0.001	0.44	1.322	0.003	1.33
P	0.001	0.004	0.001	0.0039	0.022	0.0007	0.024	0.027	0.002	0.026
S ³⁾	0.002	0.006	0.0003	0.004 (0.006)	0.004	0.0003	0.0035	0.008	0.0003	0.0052 (0.009)
Cu	0.00004	0.203	0.002	0.20	0.0263	0.0001	0.026	0.0781	0.0002	0.076
Ni	0.0001	0.515	0.0004	0.51	0.207	0.0003	0.21	9.05	0.008	9.03
Cr	0.0002	1.94	0.007	1.93	16.3	0.03	16.18	18.3	0.05	18.26
Mo	0.0001	0.384	0.0004	0.38	0.0075	0.00005	0.008	0.055	0.0003	0.054
Ti	0.00001	0.0002	0.00002	(0.0002)	<	-	(<)	0.00113	0.00002	(0.00124)
V	0.00001	0.305	0.0003	0.30	0.0297	0.00004	(0.0302)	0.0679	0.0001	(0.0690)
Nb	0.00004	0.0005	0.00003	(0.0004)	0.0013	0.00005	(0.0016)	0.0031	0.0002	(0.0033)
Al	0.0001	0.0013	0.0001	0.001	0.0045	0.0001	0.005	0.0027	0.0002	0.003
Co	0.00003	0.0037	0.00004	(0.0034)	0.0332	0.0002	(0.032)	0.216	0.0003	0.22
Sn	0.0002	0.001	0.0001	(0.001)	0.002	0.0003	(0.002)	0.004	0.0003	(0.003)
Zn	0.00007	<	-	(0.0001)	0.0008	0.0002	(0.001)	0.001	0.0002	(0.001)
Zr	0.00004	0.0001	0.00002	(0.0001)	0.0002	0.00003	(0.0001)	<	-	(<)

1) 검출한계: 검정곡선 작성용 Blank의 10회 반복 측정으로부터 얻은 농도 표준편차의 3배 × 희석 배수(200)

2) 표준편차: 반복 측정에 대한 농도 표준편차 (n = 2)

3) S: 시료 전처리 시 황 분석을 고려하지 않았기 때문에 황의 분석 결과는 참조 값입니다.

<: 검출한계 미만

(): ICPS-8100을 사용하여 얻은 결과

