

Laser-Induced Breakdown Spectroscopy를 이용한 Invar 합금의 성분분석

Elemental analysis of Invar Alloy using laser-induced breakdown spectroscopy

전형하, 김민정, 오기장, 이도형, 오철한*

포항산업과학연구원, *경북대학교

jhh89@home.hitel.net

일반적으로 에너지원과 물질과의 상호작용에 따라서 감도가 좋은 원자분광 분석기술은 크게 세 가지로 나눌 수 있다. 즉, 원자흡수 분광법(Atomic Absorption Spectroscopy : AAS), 원자발광 분광법(Atomic Emission Spectroscopy : AES), 원자형광 분광법(Atomic Fluorescence Spectroscopy : AFS)으로써 이것들은 오늘날 여러 가지 다양한 시료 용액 속의 미량 원소 분석에 널리 사용되고 있다. 그러나 이들 대부분의 장비는 시료를 액상으로 전환해야 하는 단점이 있다. 그럴 경우 화학시약에 의한 간섭과 복잡한 분해/침지(dissolution/digestion)과정의 메커니즘에 의해 분석오차가 유발되며, 시료 전 처리에 의한 분석시간이 길어진다.

여러 고체 분석방법 중 Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)를 이용하여 분석하는 방법은 시료를 직접 분석함으로써 기존의 액상 전환의 문제점들을 보완 할 수 있다^(1, 4).

본 실험에서는 포항산업과학연구원에서 분석용 표준시료로 제작한 Ni(36~45.4%)의 함량을 가진 Invar 합금^A으로, 펄스폭이 8 ns이고 출력은 532 nm에서 400 mJ, 1064 nm에서 865 mJ인 Q-switched Nd:YAG laser로 플라즈마를 발생시켜, 그 플라즈마의 스펙트럼을 측정하여 각 peak들의 특성과 정량적인 분석에 대한 재현성 및 신뢰성 있는 분석방법의 기초 실험을 연구하였다.

레이저에 의해 발생된 플라즈마의 스펙트럼은 표적물질의 surface roughness, 표적물질에 입사하는 레이저 Power density 그리고 측정 시간선정에 의존한다.

※ Vacuum wavelength : nm

Elements	State of ionization	Line	Intensity of emission
Cu	I	324.490	10000
	I	327.490	10000
Co	I	340.610	11000
	I	345.449	21000
Cr	I	357.971	19000
	I	359.452	17000
	I	360.636	13000
Mo	I	379.933	29000
	I	386.521	29000
	I	390.407	19000
Mn	I	403.190	27000
	I	403.421	19000
	I	403.563	11000

Table 1. Element spectrum line of Invar alloy

본 실험에서는 최상의 스펙트럼을 얻기 위하여 표적물질에 입사하는 레이저 Power density를 1.48 GW/cm^2 로 설정하였으며, Pulse generator (PG-200)을 사용하여 gate time은 $3\mu\text{s}$, gate width는 $1\mu\text{s}$ 에서 측정하였다.

Invar 합금에 함유되어있는 C, Si, Mn, P, S, Cr, Mo, Co, B, Zr, Cu, Al, Ti, Ta, Fe 성분들의 대표분광선을 찾기 위해 순도가 99.99 %를 사용하였으며, Invar 합금의 주 성분인 Ni, Fe 와 각 성분들간의 간섭 효과를 최대한 줄이는 영역을 선정하여 Table 1. 에 나타냈다.

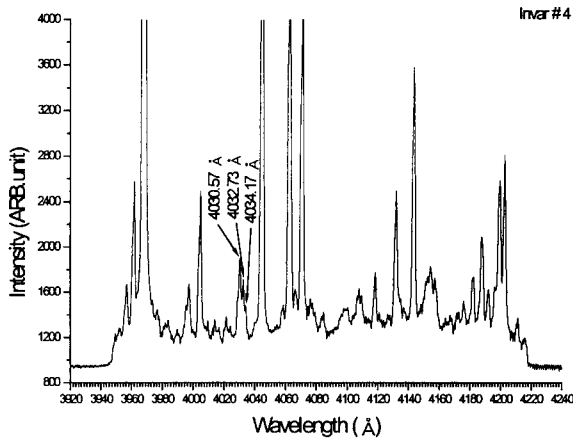


그림 1. Mn이 0.2% 함유된 Invar alloy

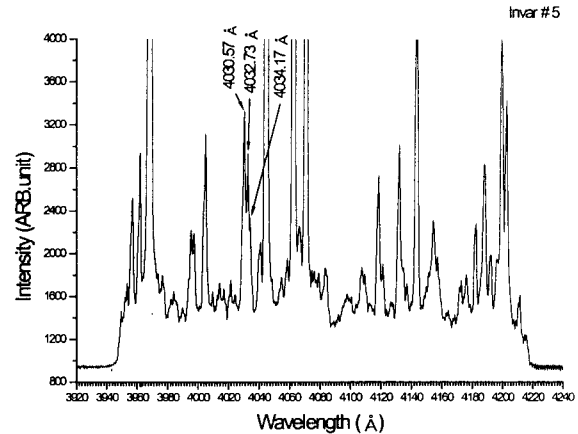


그림 2. Mn이 1.2% 함유된 Invar alloy

본 실험의 가장 중점을 둔 것은 고체 시료의 분석 방법에서 오는 분석적 오차를 laser를 이용한 직접 분석법으로 오차를 줄이는 것이며, 분석에 가장 뛰어난 분석 line을 찾는 것이다. 또한 정량적 분석을 위한 양적인 것에 대한 검량곡선을 작성하여 정확도에 대한 분석적 기초를 찾고자 한다.

그림 1.과 그림 2.는 Mn이 각각 0.2% 와 1.2% 를 함유하고 있는 Invar 합금으로 각각의 Mn Peak의 면적대 함량의 상관관계를 유추하여 검량곡선을 작성하고 상대표준편차(RSD)에 의한 정확도를 측정할 수 있다.

^A Invar alloy : Ni의 함량이 36-40% 함유된 철합금으로 열적인 것에 대한 팽창계수가 매우 낮아 반도체 등 특수용도에 많이 사용됨.

[1] Leon J. Radziemski, David A. Cremers, Laser-Induced Plasmas and Applications, New York and Basel (1989).

[2] K. Y. Yamamoto, D. A. Cremers, L. E. Foster, Applied Spectroscopy, vol 50, number 2, 222 (1996).

[3] A. E. Pichahchy, D. A. Cremers, M. J. Ferris, Spectrochimica. Acta, B 52, 25-39 (1997).

[4] D. A. Cremers, L. J. Radziemski, T. R. Loree, Applied Spectroscopy, vol 38, number 5, 721-729 (1984).

[5] R. B. Scorzelli, Hyperfine Interactions 110(1997) 143-150.

