

# 마그네슘-알루미늄(Mg-Al) 합금 분말의 염소이온 정량법의 비교에 관한 연구

김윤환 · 최영선\*,†

조선전재운산㈜ 기술연구소, \*부산대학교 화공생명공학부  
(2023년 6월 19일 접수, 2023년 7월 6일 수정, 2023년 7월 9일 채택)

## A Study on the Comparison of Chloride Ion Quantification Methods for Magnesium-Aluminum (Mg-Al) Alloy Powder

Yunhwan Kim and Youngson Choe\*,†

Chosun Welding R&D Center, Ulsan 45009, Korea

\*Department of Chemical Engineering, The Graduate School of Industry, Pusan National University, Busan 46241, Korea  
(Received June 19, 2023; Revised July 6, 2023; Accepted July 9, 2023)

### 초 록

플럭스 코어 아크 용접(flux cored arc welding, FCAW)에서 플럭스(flux)로 사용되는 합금 분말 내의 염소이온은 용접 금속의 비드 표면에 기공을 유발하여 불량을 유발하거나, 합금 분말에 잔류한 염소가 금속의 부식을 유발할 수 있다. 합금 분말의 염소이온 정량은 주로 연소-이온크로마토그래피법이 사용되나, 장비가 고가이며 고도의 전문성이 요구되는 한계가 있다. 따라서, 본 연구에서는 합금 분말의 염소이온 정량으로 주로 쓰이는 방법인 연소-이온크로마토그래피법과 X-선 형광분석법, 그리고 전위차 적정법을 비교하여 현장에서 적용하기 쉽고 정확한 정량법을 찾고자 한다. 염소이온 정량의 대상으로는 플럭스로 가장 흔히 사용되는 마그네슘-알루미늄 합금 분말을 대상으로 한다. 본 연구의 결과를 통해, 전위차 적정법을 현장에서 합금 분말의 염소이온 정량에 적용할 수 있다.

### Abstract

Chloride ions in the alloy powder used as flux in Flux Cored Arc Welding (FCAW) can cause pores on the bead surface of the welding metal to cause defects, or chloride remaining in the alloy powder can cause corrosion of the metal. Combustion-ion chromatography is mainly used to quantify the chloride ions in alloy powder, but there is a limitation in that the equipment is expensive and requires a high degree of expertise. Therefore, this study aims to find an easy and accurate quantification method in the field by comparing combustion-ion chromatography (C-IC), which is mainly used for chloride ion quantification of alloy powder, X-ray fluorescence analysis (XRF), and potentiometric titration. In this article, magnesium-aluminum alloy powder is applied to the quantification of chloride ions because it is most commonly used as flux. This study confirmed that potentiometric titration can be applied to the quantification of chloride ions in the alloy powder in the industry field.

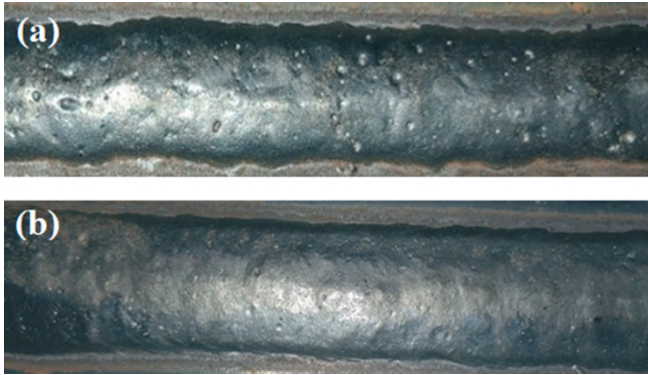
**Keywords:** Potentiometric titration, Alloy, Chloride, X-ray fluorescence analysis, Combustion-ion chromatography

## 1. 서 론

용접은 기계, 조선, 건축 등의 다양한 공학 분야에 적용되는 필수적 가공 기술이며, 용접 과정에서 충전하는 플럭스(flux)의 종류에 따라 용접재료의 특성과 그 품질이 좌우된다[1]. 플럭스 코어 아크 용접(flux cored arc welding, FCAW)은 용접 분야의 고능률화, 반자동화에 유리하여 그 사용이 늘어나고 있다. FCAW 용접법은 와이어(wire) 중

심부에 탈산제, 탈질제, 아크 안정제 등의 플럭스를 충전한 와이어를 사용한 용접 방식을 말한다. 이때, 금속에 녹아 있는 산소를 제거하기 위한 탈산(脫酸) 과정은 용접금속의 결합을 최소화하고 기계적 성질을 향상해주는 중요한 요소 중 하나이다. 주로 플럭스로 사용되는 금속 분말의 종류는 알루미늄, 마그네슘, 실리콘, 망간 등이 있으며, 알루미늄과 마그네슘 분말이 흔히 사용된다[2]. 알루미늄 파우더의 경우, 제조 과정에서 배출되는 수분이 가수분해되어 수소 분자가 발생하며, 이를 제거하기 위해 염소가스를 사용한다. 하지만 충분한 불순물 제거 과정을 거치지 않으면 염소와 수소가 합금 파우더에 잔류하여, 용접 후 비드 표면에 Figure 1과 같이 기공을 유발하게 된다. 불순물의 검출을 통해 사용 가능한 파우더인지 확인할 수 있으나 수소 함량을 측정하기는 힘들어 염소의 정량분석을 통해 수소의 함량도 유추할 수 있다[3]. 또한, 합금 분말에 잔류한 염소는 금속의 부식을 유발하기 때

† Corresponding Author: Pusan National University  
Department of Chemical Engineering, The Graduate School of Industry, Busan 46241, Korea  
Tel: +82-51-510-2396 e-mail: choe@pusan.ac.kr



**Figure 1. Surface morphology of weld metal bead : (a) Surface with pores on the weld metal bead, and (b) Smooth surface of the weld metal bead.**

문에 염소이온을 측정하는 과정은 반드시 필요한 부분이다.

일반적으로 현장에서 합금 분말에 함유된 염소 이온을 분석하는 방법은 2가지 측정방법이 있다. 우선 염소-이온크로마토그래피법(combustion chromatography, C-IC)은 주로 수질, 폐기물, 토양 등 환경 시료 중의 용출액인 액상 시료에 함유된 무기 음이온 원소분석에 이용되며, 고분자나 금속과 같은 고체 시료의 음이온 분석이 가능하다[4]. X-선 형광분석법(X-ray fluorescence analysis, XRF)은 고체 시료를 전처리(프레스화)하여 정량 및 정성분석을 할 수 있는 장점이 있다[5].

하지만, 가장 많이 쓰이는 방식인 염소-이온크로마토그래피법은 시료를 연소시켜 나온 가스를 포집하는 과정에서 희석이 되기 때문에 극미량의 원소를 검출하는 경우 분석이 불가능하다. 또한, 고체를 액상화 장치에 연결하여 측정하는 방법으로 데이터를 산출하는데 장비가 약 2억원으로 매우 고가이며, 전처리방법 또한 어렵고 시료량에 영향을 주기 때문에 분석이 어려워 예산과 전문인력의 부족으로 광범위한 사용에 한계가 있다[6]. X-선형광분석법은 전처리과정에서 염소이온의 농도를 유지하는 데 한계가 있고, 시료 또한 불균질화에서 오는 편차가 측정값에 영향을 줄 수 있기 때문에 분석에 어려움이 있다[7]. Proverbio and Carassiti는 콘크리트 구조물의 염화물 함량 평가에서와 같이 염화물을 측정하기 위해 X-선형광분석법을 이용하였으나, 표준 물질이 없는 경우 정성분석에 가깝다고 분석하였다[5]. KS 규격이나 수질오염공정시험법 등에서 제시한 측정법이 있으나, 대부분 용액상태를 대상으로 하므로 합금파우더나 합금 alloy계 고체물질 시료를 측정하는 방법은 아직도 구체적으로 제시되어 있지 않으므로 적용하기가 어려운 부분이다[11]. 또한, X-선형광분석기 장비도 약 2억원 대로 고가에 달한다.

현업에서 다루는 중요한 프로세스 중 하나는 용접재료 중의 합금 분말 시료 내 포함된 염소이온의 농도 값을 제어하는 것이다. 가공공정에서 염소이온을 어떻게 제어하느냐가 용접결함을 줄이기 위한 최선책이기 때문이며, 이를 위해서는 분말 내 염소이온의 정확한 정량이 필수적이다. 이에, 본 연구에서는 고체상 시료의 염소이온을 분석할 수 있는 방법으로 전위차 적정기를 사용할 수 있을 것이라 전망한다. 전위차 적정법은 물이나 폐수의 염화물 산-염기 적정에 자주 사용되며, 일반적으로 축진제는 질산은(AgNO<sub>3</sub>)을 사용하여 고체 시료의 염소이온 정량도 가능하며, 사용되는 시료도 비교적 저렴하고 적정 과정도 간단하다. 또한, 전위차 적정기의 장비 가격은 1천만 원 정도로, 염소-이온 크로마토그래피 장비와 X-선형광분석기 장비에 비해 매우 저렴하다.

한편, 전위차 적정기를 활용한 고체 상태의 시료에 대한 염소함량 분석에 대한 선행연구는 다음과 같이 정리할 수 있다. 전위차 적정기를 이용한 Eschka 법의 활용을 통해 고형폐기물의 염소함량을 분석하는 연구나, 콘크리트 재료의 염화물 시험방법 규격 등에서 확인할 수 있다[9]. 전위차 적정법의 하나인 Mohr 법을 사용해 식품의 염분을 측정하는 연구도 존재한다[10]. 이처럼, 전위차 적정법은 고형폐기물, 콘크리트, 식품 등 다양한 고체상 시료의 염소이온 분석법에 사용되어 왔다. 이러한 넓은 활용도에도 불구하고, 전위차 적정법으로 합금분말의 염소이온 분석을 한 연구는 거의 없는 실정이다.

이에, 본 연구에서는 염소이온 검출을 위해 염소-이온 크로마토그래피법, X-선형광분석법, 그리고 전위차 적정법을 사용하여 합금 분말의 한 종류인 마그네슘-알루미늄 합금 분말에서 염소이온의 정량을 비교하고자 한다. 본 연구에서는 현장에서 가장 흔하게 사용되는 합금 분말인 마그네슘-알루미늄(Mg-Al) 합금 분말을 대상으로 연구를 진행하였다. 그리고 합금 분말의 염소이온의 기존 두 가지 정량방법과 전위차 적정법의 결과를 비교 분석하였다.

## 2. 재료 및 방법

### 2.1. 시료 및 장비

본 연구에서 사용한 마그네슘 분말 CMG60 (Mg 99%)은 ILSUNG (경기도 김포시, 대한민국)와 Uniwell (부산, 대한민국)에서 구입하여 시험에 사용하였으며, 알루미늄-마그네슘 합금 분말인 MAB-60 (Al 50%, Mg 50%)과 MAC-60 (Al 40%, Mg 60%)은 ChangSung (인천, 대한민국)에서 구입하였다. 각 시료의 금속 조성비에 따라 M99 (Mg 99%), M5A5 (Al 50%, Mg 50%), M6A4 (Al 40%, Mg 60%)으로 시료 코드를 명명하여 분석을 진행하였다.

염소이온 농도 분석을 위해 사용한 장비는 다음과 같다. 염소-이온 크로마토그래피 장비(C-IC)는 시료도입과 연소부는 HF-210 (Mitsubishi, Japan)을 사용하였으며, 이온크로마토그래피는 AQUION (ThermoFischer Scientific, Massachusetts USA)를 사용하여 분석하였다. X-선 형광분석법(X-ray fluorescence analysis, XRF)은 Zetium-DY3665 (Malvern Analytical, Almelo Netherlands)를 사용하였고, 마지막으로 전위차 적정기는 G10S (Mettler Toledo, Zürich Switzerland)를 사용하였다.

### 2.2. 염소-이온 크로마토그래피법을 통한 염소이온 정량

본 연구에서는 염소-이온크로마토그래피(C-IC) 장비로 측정된 분석 결과를 기준으로 설정하였다. 할로젠 원소인 Cl 원소 분석을 위해 고온에서 연소 후, HX 또는 X<sub>2</sub> 형태로 기체화하여 IC로 염소이온 농도를 정량 하였다. 측정에 사용된 시료는 5~20 mg을 정량하였다. 염소-이온크로마토그래피법에 사용되는 시료는 미분으로 별도의 전처리과정을 요구하지 않는다.

### 2.3. X-선 형광분석법을 통한 염소이온 정량

알루미늄-마그네슘 합금 분말인 MAB-60 (Al 50, Mg 50)과 MAC-60 (Al 40, Mg 60) 시료는 Wax binder와 9:1 비율로 배합한 후 5 g을 정량하여 40 mm pellet cup에 담는다. 시료가 담긴 pellet cup을 유압 프레스기에 넣고 25 ton의 압력으로 60초간 가압하여 pellet을 형성한다. 형성된 pellet을 XRF를 통해 분석한 후 Cl 값을 도출한다. X-선형광분석기는 Zetium-DY3665 (Malvern analytical, Almelo Netherlands)를 사용하였다. Semi-quant 분석인 Omnia를 통한 정확한 분석이 가능하다. 마그네슘 분말 CMG60 (99%) 시료는 5 g을 정량하여 40 mm pellet

cup에 담는다. 시료가 담긴 pellet cup을 유압프레스기에 넣고 25 ton의 압력으로 60초간 가압하여 pellet을 형성한다. 형성된 pellet을 XRF를 통해 분석한 후 CI값을 도출한다.

**2.4. 전위차 적정기를 통한 염소이온 정량**

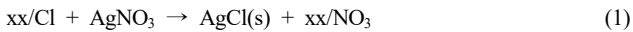
**2.4.1. 표준 용액의 염소이온 분석**

전위차 적정기의 성능을 확인하기 위해, 표준 용액의 염소이온 분석을 진행하였다. 표준 용액은 chloride ion standard solution (KANTO CHEMICAL, Tokyo Japan, 1000 ppm) IC, 100 ml를 사용하여 용액의 염소이온 농도를 20 ppm, 60 ppm, 100 ppm으로 조제하였다. 표준용액 조제는 표준용액을 100 ml 등근 플라스크에 각각 2, 6, 10 ml를 넣은 후 용매(초순수)로 100 ml까지 표정하여 측정한다. 적정시간은 측정시료의 농도 값이 따라 차이가 나지만 보통 1~2분 정도이다.

**2.4.2. 합금 분말의 염소이온 분석**

우선 시료를 weighing paper에 2.5 g 정량 후, 메스실린더(50:1 ml)에 50 ml의 초순수를 넣은 후 시료와 같이 100 ml 비커에 담았다. 그리고 2 ml 질산(Assay 70.0% min, HNO<sub>3</sub> 63.01)을 용액에 적가 하였다. 그리고 평행접시로 비커를 덮은 다음 초음파세척기로 5분간 작동시켜 시료를 잘 분산해 준다. 이때, 적정 pH는 3~4 정도로 유지한다(PH 여과지). 시료가 담긴 용액을 정량 여과지(5A 또는 5B 4~7 μm)로 거른 후, 여과액을 PP (100 ml) 비커에 담아서 전위차 적정을 시행하였다.

본 연구에서는 전위차 적정법 중에서 침전 적정을 시행하였다. 침전 적정법은 적정제와 분석 물질 사이에 침전물 형성을 이용하여 질산은 적정제를 넣어 할로젠족의 정량분석에 이용된다. 기준액으로는 0~60 °C, KNO<sub>3</sub> 1 mol/L를 사용하였고, 적정제는 AgNO<sub>3</sub> 0.1 N을 사용하였으며, 전극은 복합 실버링 전극인(DM(i)145-SC-Silver ring electrode)으로써 이는 수용성과 비수용성에서의 침전 적정에 이용되며, 원유와 같은 지저분하고 점성이 높은 샘플에서도 염소이온 분석이 가능하다는 장점이 있다. 화학반응식은 아래의 식과 같다.



이온의 농도를 분석하는 계산식은 아래의 식과 같이 정리할 수 있다.

$$\% \text{ 함량식} = Q \times C / m \tag{2}$$

$$Q = \text{적정제소비량} \times \text{적정제농도} \times \text{적정제 factor} \tag{3}$$

$$C = M / (10 \times z) \tag{4}$$

(M = 샘플의 분자량, z = 샘플의 당량수, m = 샘플의무게(g))

**3. 결과 및 토의**

**3.1. 염소이온이 용접 비드 표면 기공 형성에 미치는 영향**

산업의 발달과 작업 현장 환경의 변화로 기술 집약적인 형태로 바뀌어 가며 용접 분야도 고능률화, 고품질화를 위한 자동 혹은 반자동화로 발달하고 있다. 고능률 용접법이 개발되며, 국내에서도 플럭스 코어 와이어 용접(FCAW) 프로세스를 중심으로 반자동 용접법이 도입되고 있다. 이 방법은 와이어 중심부에 플럭스를 충전한 플럭스 코어 와이어를 사용하여 용접비드를 형성하는 용접법이다. 따라서, 충전된 플럭스의 종류에 따라 용접재료의 특성과 그 품질이 좌우된다. 플럭스는 슬래그 생성제, 아크 안정제, 탈산제, 탈질제 등 다양하게 구성되는데, 이 중에서도 탈산제는 용접금속의 결함을 줄이고 기계적 성

질의 향상을 위해 중요한 요소로 작용한다. 대표적으로 사용되는 금속은 알루미늄, 마그네슘, 규소, 망간 등이 있다[3,7].

용접금속 가공 과정에서 용접 부위에 발생하는 결함의 종류는 대표적으로 기공(porosity)의 발생이 있다. 용접부에 작은 구멍이 산재된 형태로 발생하며, 기공이 발생할 경우 용접부를 완전히 제거한 후 재용접을 해야 한다[8].

비드 표면에 기공이 발생하는 원인은 크게 세 가지로 나눈다. 첫째, 용접 시 용접 금속 중 가스 용해, 둘째, 냉각 시 용융금속 내에서 화학반응에 의한 가스 발생 및 용해도 감소에 따른 가스 방출, 셋째, 응고 과정에서 가스가 방출되는 경우가 있다.

Figure 1의 두 비드 모두 알루미늄의 함량이 99 wt%인 각각 다른 업체의 알루미늄 분말로 제작되었으나, 비드 표면의 기공은 (a) 합금에서 더 많이 발생한 것으로 확인된다. 각 비드에 대해 G4 Phoenix 장비로 수소 함량을 분석한 결과, (a) 합금은 50.97 ppm, (b)는 37.50 ppm으로 나타났다. 따라서, 수소가 비드 표면의 기공을 유발하는 요인 중 하나인 것으로 분석할 수 있다.

수소 가스와 불순물 제거로 염소 가스를 사용하는데, 충분한 교환이나 불순물 제거가 미흡할 경우 염소 성분과 수소 성분이 알루미늄 분말에 남게 된다. 이러한 알루미늄 분말이 사용되면 용접 비드 표면에 기공이 형성되는 것이다. 하지만, 분말 형태에서 수소 함량을 검출하는 것은 거의 불가능한 실정으로, 실제 산업계와 현장에서는 염소이온의 정량을 통해 수소 함량을 유추한다.

**3.2. 전위차 적정기의 표준용액 분석**

전위차 적정기의 유효성을 확인하기 위해 표준용액을 제조하여 염소이온 농도를 분석하였다. 표준용액의 염소이온 농도는 각각 20 ppm, 60 ppm, 100 ppm으로 조제하였으며, 전위차 적정기의 결과는 21.60 ppm, 60.74 ppm, 102.22 ppm로 표준용액의 농도와 큰 차이 없는 것으로 나타났다. 전위차 적정기로 측정된 농도와 표준 용액 농도의 오차율은 각 농도별로 7.9 %, 1%, 2.2%이었다. 따라서, 산업계에서 합금 분말의 염소이온 관리 기준인 150 ppm에서는 정확한 분석이 가능하다고 판단되어, 합금 분말의 염소이온 농도 측정에 전위차 적정법을 사용하였다.

**Table 1. Chloride Ion Concentration of Standard Solutions by Titrator**

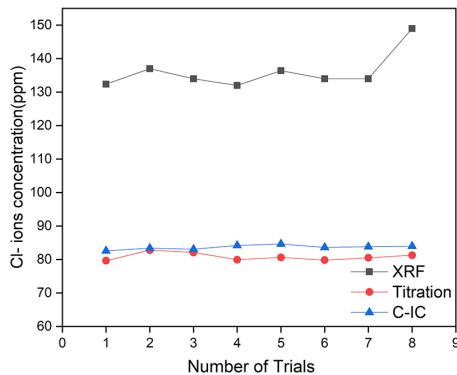
Cl <sup>-</sup> ions Concentration of standard solution	Weight (g)	Cl <sup>-</sup> (ppm)
Cl <sup>-</sup> 20 ppm	49.476	21.597
Cl <sup>-</sup> 60 ppm	50.000	60.746
Cl <sup>-</sup> 100 ppm	49.438	102.219

**3.3. Mg-Al 합금 분말의 염소이온 정량 분석 결과**

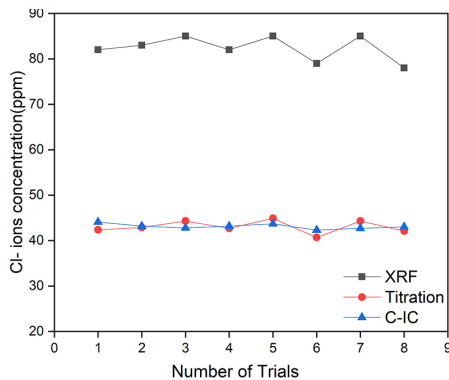
각 3가지 분석법을 통해 합금 분말의 염소이온을 정량한 결과는 Table 2의 내용과 같다. M99의 경우 염소이온 크로마토그래피와 전위차 적정기의 분석 결과는 각각 83.67 ± 0.58, 80.0 ± 2.61 ppm을 보인 반면, X-선형광분석법은 135 ± 5.7 ppm으로 앞의 두 가지 장비와 큰 차이를 보였다(Figure 2). M5A5는 각각 순서대로 43.13 ± 0.48, 42.97 ± 1.35, 82.4 ± 2.37 ppm의 결과(Figure 3)를, M6A4는 33.80 ± 0.48, 34.26 ± 2.67, 49.28 ± 7.07 ppm의 결과(Figure 4)로 나타났다. X-선형광분석법은 정확도가 상당히 떨어지는 결과를 보였다.

**Table 2. Chloride Ion Concentration of Alloy Powders by C-IC, XRF, Titrator**

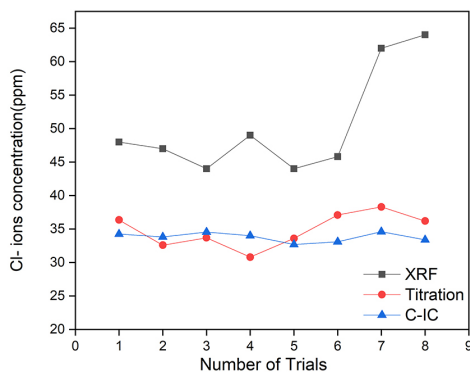
Analytical Instruments	Cl <sup>-</sup> ion Concentration (ppm)		
	M99	M5A5	M6A4
C-IC	83.67 ± 0.58	43.13 ± 0.48	33.80 ± 0.48
XRF	135 ± 5.7	82.4 ± 2.37	49.28 ± 7.07
Titrator	80.0 ± 2.61	42.97 ± 1.35	34.26 ± 2.67



**Figure 2. Chloride ion concentration of M99 determined by C-IC, Titration, and XRF.**



**Figure 3. Chloride ion concentration of M5A5 determined by C-IC, Titration, and XRF.**



**Figure 4. Chloride ion concentration of M6A4 determined by C-IC, Titration, and XRF.**

X-선형광분석을 통한 염소이온 정량 결과는 오차가 크고 표준편차 또한 큰 경향을 보였는데, 이는 전처리과정에서 염소이온의 농도를 유지하는 데 어려움이 있고 또한 시료 불균질화에서 발생하는 편석이 측정값에 영향을 준 것으로 보인다. X-선형광분석을 위한 시료는 전처리 과정이 필수적인데, 분말시료 전처리법인 가압 성형 과정에서 이물질이 유입되거나 불균질화 과정에서 편석이 발생해 측정값에 영향을 준 것으로 분석할 수 있다. 또한, 가압 성형 과정에서 분말시료의 염소이온의 농도를 유지하는 데도 한계가 있다는 점이다[6]. 반면, 전위차 적정기를 이용한 분석은 염소이온 크로마토그래피 장비로 측정된 결과와 비슷한 결과를 보였다.

**3.4. 전위차 적정기의 분석법 검증**

**3.4.1. 분석법 간 교차검증**

전위차 적정기와 염소이온 크로마토그래피 장비로 측정된 염소이온 정량 결과에 대한 t-검정을 실시하였다. 유의확률은 0.05이다.

M99 샘플에 대한 f-검정결과, p = 0.078의 값을 확인하여 Table 3과 같이 M99 샘플에 대한 염소이온 정량의 등분산 가정 t-검정 분석을 하였다. t = 6.116, 양측 검정 p = 0.0000267로 유의하게 나타났다. 따라서, 전위차 적정기와 염소이온 크로마토그래피의 결과는 통계적으로 유의하다고 분석할 수 있다.

**Table 3. Chloride Ion Concentration of M99 by Titrator and C-IC**

	N	Average (M)	SD
Cl <sup>-</sup> Concentration (ppm)	Titrator	80.845	1.137
	C-IC	83.672	0.643
t (p)	6.116 (0.0000267)		

M5A5 샘플에 대한 f-검정결과, p = 0.0148의 값을 확인하여 Table 4와 같이 M5A5 샘플에 대한 이분산 가정 t-검정 분석을 하였다. t = -0.189, 양측 검정 p = 0.8339로 나타났다. 따라서, 전위차 적정기와 염소이온 크로마토그래피의 염소이온 정량 결과의 분산은 같다고 할 수 있다.

**Table 4. Chloride Ion Concentration of M5A5 by Titrator and C-IC**

	N	Average (M)	SD
Cl <sup>-</sup> Concentration (ppm)	Titrator	43.031	1.393
	C-IC	43.132	0.565
t (p)	-0.189 (0.8339)		

M6A4 샘플에 대한 f-검정결과, p = 0.00131의 값을 확인하여 Table 5와 같이 M5A5 샘플에 대한 이분산 가정 t-검정 분석을 하였다. t = 1.105, 양측 검정 p = 0.301로 나타났다. 따라서, 전위차 적정기와 염소이온 크로마토그래피의 염소이온 정량 결과의 분산은 같다고 할 수 있다.

**Table 5. Chloride Ion Concentration of M6A4 by Titrator and C-IC**

	N	Average (M)	SD
Cl <sup>-</sup> Concentration (ppm)	Titrator	34.831	2.546
	C-IC	33.801	0.685
t (p)	1.105 (0.301)		

3.4.2. 분석법의 방법검출한계 검증

Table 6은 염소이온 농도가 가장 높게 나온 M99를 대상으로 각각 8회 반복측정한 결과로 계산한 방법검출한계 값을 보여준다. 방법검출한계(MDL) 값은 아래의 식을 통해 계산하였다.

$$MDL = t_{(n-1, 1-\alpha)} \times S \tag{5}$$

( $t_{(n-1, 1-\alpha)}$ ): 99% 신뢰 수준에서의 student t 값, S: 반복분석한 시료 농도의 표준편차, n-1: 자유도)

Table 6. MDL Measurement for M99 by C-IC and Titrator

Method	t-value	MDL (ppm)
C-IC	2.998	1.739
Titration	2.998	7.827

염소-이온 크로마토그래피는 1.738 ppm, 전위차 적정법은 7.827 ppm으로 나타났다. 전위차 적정법이 방법검출한계 값은 높았으나, 산업계에서 합금 분말의 염소이온 관리 기준은 150 ppm 이상이다. 따라서, 전위차 적정법으로 용접 금속 비드 표면에 기공이 생기게 되는 염소이온의 농도의 유효한 분석이 가능하다는 결론을 내릴 수 있다.

4. 결 론

합금 분말 중에서 가장 많이 쓰이는 마그네슘-알루미늄 합금 분말에 대하여 염소이온 농도를 염소-이온 크로마토그래피, X-선형광분석기, 전위차 적정기의 3종의 분석기기로 각각 측정하고 비교함으로써 얻은 결론은 다음과 같다.

전위차 적정기로 우선 3종류의 염소이온 표준용액을 제조하여 염소이온의 농도를 측정한 결과, 전위차 적정기의 염소이온 정량 결과는 상당히 정확한 수준인 것으로 나타났다. 일부 오차는 시행횟수가 적어서 나타난 문제로 분석할 수 있다.

염소-이온 크로마토그래피를 대체할 수 있는 방법으로 X-선형광분석법이 쓰이기도 하지만, X-선형광분석법은 그 값의 편차가 심하며 정확도 또한 매우 떨어졌다. 염소-이온 크로마토그래피의 결과와는 크게 1.5배까지 차이가 나는 것으로 조사되었다. X-선형광분석법은 염소-이온 크로마토그래피를 대체하여 합금 분말의 염소이온을 정량하기에는 부적합한 분석 방법으로 판단된다. 반면 전위차 적정기는 염소-이온 크로마토그래피의 분석 결과와 독립표본 t-검정 결과 유사한 값과 분포를 보여, 염소-이온 크로마토그래피를 대체할 수 있는 분석법임으로 나타났다.

본 연구의 결과를 통해 향후 합금 분말의 염소이온 최소화를 위한 분석법으로 전위차 적정법을 이용할 수 있을 것으로 판단된다. 염소-이온 크로마토그래피 장비는 측정 시료가 5~20 mg로 극미량을 사용하여 고도의 전문성이 요구되나, 전위차 적정기는 2.5 g 정도의 시료로 분석이 가능하여 전문성이 없어도 손쉽게 분석이 가능하다. M99 샘플에 대한 방법검출한계 값은 염소-이온 크로마토그래피는 1.738 ppm, 전위차 적정법은 7.827 ppm으로 나타났으나, 용접 금속 비드 표면에 기공을 유발하는 관리 기준의 염소이온의 농도는 150 ppm이기 때문에 분석이 가능한 범위로 판단할 수 있다. 또한, 전위차 적정기의

장비 비용은 1천만원 정도로, 2억원 대의 염소-이온 크로마토그래피 장비에 비해 매우 저렴하여 광범위한 사용이 가능할 것으로 보인다. 본 연구를 통해 현장에서 편리하게 용접 금속의 비드 표면 기공을 최소화하기 위한 방법으로 전위차 적정법을 도입할 수 있을 것이라 전망한다.

References

1. J. D. Lee, *Effect of Alloying Elements on the Sintering Behaviour of Aluminum Powder Mixture*, PhD Dissertation, Ajou University, Suwon, Korea (2003).
2. S. T. Park, J. P. Jung, and C. J. Seo, Weldabilities of 7000 aluminum alloys (II), *J. Weld. Join.*, **12**, 64-75 (1994).
3. C. Yoo, *Characteristics of Microstructure and CTOD of Flux Cored Arc Welding Has Different Component for S500 Grade Steel*, Master Dissertation, Kyungpook National University, Daegu, Korea (2015).
4. M. J. Shaw and P. R. Haddad, The determination of trace metal pollutants in environmental matrices using ion chromatography, *Environ. Int.*, **30**, 403-431 (2004).
5. E. Proverbio and F. Cararssiti, Evaluation of chloride content in concrete by X-ray fluorescence, *Cem. Concr. Res.*, **27**, 1213-1223 (1997).
6. J. S. Lee, H. H. Park, and J. E. Yoo, Stability evaluation on measuring water-soluble chloride anions from iron artifacts, *J. Conserv. Sci.*, **26**, 397-406 (2010).
7. Y. S. Kong, *Effect of Flux composition on Bead Configuration in SAW welding of Mild Steel*, Master Dissertation, Daegu University, Gyung-san, Korea (2014).
8. Gisullab, Defects in weld, HYPERLINK “https://gisullab.com/tip/12205” https://gisullab.com/tip/12205 (Accessed on April 3, 2023).
9. KS F 2713, Standard test method for analysis of chloride in concrete and concrete raw materials (2017).
10. S. A. Lee, *Study on the Analytic Method of Chlorine Contents in Solid Wastes*, Master Dissertation, Suwon University, Suwon, Korea (2003).
11. K. M. Lee, I. J. Yoon, and I. H. Seo, Study for the determination of chloride ion in hardened concrete using potentiometric methods, *Int. J. Concr. Struct. Mater.*, **18**, 578-581 (2006).
12. S. M. Kim and H. O. Pak, Comparison of sodium contents in nutrition facts and sodium contents of hmr products by salinity meter and mhr method, *Korean Soc. Food Cult.*, **34**, 761-770 (2019).
13. E. Proverbio and F. Carassiti, Evaluation of chloride content in concrete by x-ray fluorescence, *Cem. Concr. Res.*, **27**, 1213-1223 (1997).

Authors

Yunhwan Kim; M.Sc., Principal Researcher, Chosun Welding R&D Center, Ulsan 45009, Korea; kyh8474@naver.com  
 Youngson Choe; Ph.D., Professor, Department of Chemical Engineering, The Graduate School of Industry, Pusan National University, Busan 46241, Korea; choe@pusan.ac.kr