

ICP-OES를 이용한 귀금속 주요 성분의 고정밀 분석

ICP-OES 및 ISO 분석법에 따른 표준 브라케팅을 통한 귀금속 합금의 주요 성분 결정



저자

Ruby Bradford,
Agilent Technologies, Inc.

소개

귀금속 합금의 주요 성분을 정확하게 정량화하는 일은 높은 정밀도와 정확도가 요구되기 때문에 까다로울 수 있으며, 엄격한 업계 표준을 준수해야 하는 경우가 많습니다. 이러한 과제는 귀금속 산업에 특히 중요한데, 금속 합금의 화학양론적 조성도와 순도가 제품 품질과 상업적 가치를 모두 결정하기 때문입니다. 귀금속 산업을 위해 특별히 개발된 고정밀 측정 기술은 표준 브라케팅입니다. ICP-OES 분석을 위한 ISO 분석법 11494 및 11495에 설명된 대로,^{1,2} 이 기술은 *표준 시료-표준 시퀀싱*을 채택하여 기기 변동 및 매트릭스 효과에 대한 제어력을 개선하고 높은 수준의 정확도와 정밀도를 보장합니다.

유도 결합 플라즈마-광방출 분광법(ICP-OES)은 광범위한 시료에서 미량 불순물을 분석하는 데 자주 사용되는 강력한 기술입니다. Agilent 5800과 5900 ICP-OES 기기는 모두 다른 곳에서 인용된 바와 같이 본질적으로 정밀합니다.³ 그러나 Agilent ICP Expert Pro 소프트웨어 버전 7.8 이상에서 ISO 규격을 준수하는 표준 브라케팅 기능을 사용하여 기기를 작동하면 정밀도가 더욱 향상됩니다. 이 소프트웨어는 귀금속 분석, 촉매 정제, 재료 재활용에 유용한 추가 기능을 제공합니다. 이러한 기능에는 자동 결과 요약 기능, 미세도(%), 캐럿(k) 또는 농도 단위 보고 기능, 주요 성분 및 순도 분석을 위한 처리 도구가 내장되어 있습니다. 표준 브라케팅은 반도체, 비료, 최신 배터리 소재 분야와 같은 다른 까다로운 응용 분야에도 적용할 수 있습니다.

이 연구에서는 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기와 ICP Expert 7.8 Pro 소프트웨어⁴가 장착된 Agilent 5800 수직형 양 방향 관측 (VDV) ICP-OES를 사용하여 세 가지 귀금속 합금에서 금(Au), 팔라듐(Pd), 백금(Pt)의 순도를 결정했습니다. 분석 절차는 ISO 분석법 11494 및 11495에 따라 수행했습니다.

실험

기기

Agilent 5800 VDV ICP-OES는 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기로 구성되어 기기에 자동으로 시료를 공급합니다(그림 1). 5800 ICP-OES에는 SeaSpray 네블라이저, 더블 패스 사이클론 스프레이 챔버, 1.8mm 내경 주입기가 장착된 애질런트 일체형 VDV 토치가 장착되었습니다. 모든 구성 요소는 Agilent ICP Expert Pro* 7.8 소프트웨어로 제어되었습니다. 기기 작동 파라미터는 표 1에 나와 있습니다.



그림 1. Agilent SPS 4 자동 시료 주입기와 Agilent ICP Expert Pro 소프트웨어가 탑재된 Agilent 5800 VDV ICP-OES.

표 1. Agilent 5800 VDV ICP-OES 기기 및 분석법 파라미터.

파라미터	설정
관측 모드	방사형
관측 높이(mm)	8
RF 전력(kW)	1.3
네블라이저 유량(L/min)	0.7
플라즈마 유량(L/min)	12
Aux 유량(L/min)	1.0
반복	3
린스 시간(초)	30
판독 시간(초)	20
안정화 시간(초)	30
시료 펌핑 튜빙	흰색-흰색
폐기물 펌핑 튜빙	파란색-파란색
내부 표준물질	Y 371.029nm
백그라운드 보정	피팅

표준물질 준비

분석 물질에 대한 브라케팅 표준은 예상 시료 농도보다 약간 낮거나 높은 농도로 준비해야 합니다. 표준물질은 시료와 동일한 방법으로 제조한 고순도 금속($\geq 99.95\%$)이나 인증된 수용액 스톡 용액을 사용하여 생성할 수 있으며, 이는 수급 상황과 분석 물질 요구 사항에 따라 결정할 수 있습니다.

시료 농도를 처음에 알 수 없는 경우, 넓은 범위(예: 0-100mg/L, 순도 0-1000%)에 걸쳐 예비 외부 검량을 수행하여 대략적인 농도를 확립할 수 있습니다. 이 접근 방식을 사용하면 일반적으로 목표 값의 $\pm 5\text{mg/L}$ 범위 내에서 브라케팅 표준을 선택할 수 있습니다.

이 연구에서는 Au, Pd, Pt에 대한 인증된 애질런트 스톡 용액을 사용하여 모든 표준물질을 제조했으며, 농도는 분석 인증서(CoA) 값을 기반으로 계산하고 $\mu\text{g/g}$ 단위로 표시했습니다. 인증된 표준물질은 표준 전처리의 추적성과 정확성을 보장합니다.

5% 질산(HNO_3)에 6mg/L의 이트륨(Y)을 첨가한 내부 표준(IS) 용액을 준비하여 모든 표준물질과 시료에 첨가했습니다. 첨가된 양은 전체 부피의 10%에 해당하며, 그램으로 환산했습니다. 예를 들어, 1000mL 플라스크의 경우 100g의 IS 용액을 첨가했습니다. 각 표준물질과 시료에 첨가된 IS 용액의 비율을 기록하고 일관되게 유지하는 것이 중요합니다. IS는 시료 간 변동과 매트릭스 효과를 보정하는 데 사용되었습니다.

*표준 브라케팅에는 ICP Expert Pro v7.8 이상이 필요합니다.

브라케팅 표준은 10,000mg/L의 검량 원액의 질량 보정된 분취량을 정확하게 칭량하고, IS 용액을 첨가하고, 염산(HCl)과 HNO₃를 첨가하고, 최종 매트릭스가 20% HCl과 3% HNO₃로 구성되도록 부피를 희석하여 준비했습니다. 표준물질의 최종 농도는 예상되는 시료 농도를 브라케팅하도록 선택했습니다. 예를 들어, 18k 금(750‰)을 분석하기 위해 예상되는 시료 농도인 약 75mg/L를 브라케팅하도록 70mg/L와 80mg/L의 표준물질을 준비했습니다.

시료 전처리

시료에는 상업적으로 판매되는 금 와이어, 팔라듐 금속, 호주의 보석 공급업체에서 구입한 백금 와이어가 포함되어 있습니다. 정확하고 재현 가능한 결과를 보장하기 위해 각 금속 시료는 ISO 11494 및 11495에 따라 두 번씩 준비했습니다. 각 시료의 두 부분을 각각 0.1000g에 정확히 또는 거의 가깝게 무게를 칭량하고 분석용 저울을 사용해 측정했습니다. 칭량한 시료는 환기 후드에 있는 별도의 유리 비커에 옮겨 담았습니다.

각 비커에 HCl 100mL와 HNO₃ 30mL를 첨가하여 왕수를 새로 준비했습니다. 비커에 시계 유리를 덮고 100°C의 핫플레이트에 올려놓았습니다. 왕수는 특히 가열하면 분해되기 쉽기 때문에, 왕수를 소량씩 따로 만들어 연기가 나지 않을 때까지 가열했습니다. 그런 다음 새 왕수를 다시 첨가하여 산의 총량이 첨가될 때까지 과정을 반복했습니다. 용액이 왕수의 비등점인 108°C를 초과하지 않는 한, 더 높은 핫플레이트 온도를 사용하여 금속 용해 시간을 줄일 수 있습니다. 휴대용 적외선 온도계를 사용하여 온도를 모니터링할 수 있습니다. 모든 산을 첨가하고 금속이 완전히 용해되면 가열을 중단하고 용액을 식혔습니다.

냉각 후, 각 용액을 정량적으로 1000mL 용량 플라스크에 따로 옮겨 담았고, 유리 초차를 탈이온수로 깨끗이 린스하여 각 플라스크에 넣어 완전히 옮겨 담았습니다. 각 플라스크에 이트륨 IS 용액(5% HNO₃에 6mg/L) 100g을 정확하게 칭량하여 첨가했습니다. 추가로 100mL의 HCl을 첨가하고 용액을 탈이온수로 희석하여 부피를 맞추었습니다. 최종 매트릭스는 20% HCl과 3% HNO₃였습니다.

준비된 용액을 50mL 원심분리관에 옮겨 담고 SPS 4 자동 시료 주입기의 랙에 올려 5800 ICP-OES로 분석할 준비를 마쳤습니다. 정량적 결과의 정확성과 정밀도를 높이기 위해 금속 시료와 IS 용액의 정확한 질량을 그림 2와 같이 기기 소프트웨어에 기록했습니다.

용액 유형	시료(g)	Y 질량(g)	최종(g)
표준물질 1			
시료	0.1	100.473	1000.0
표준물질 2			

그림 2. Agilent ICP Expert 7.8 Pro 소프트웨어에 시료, 내부 표준물질 및 최종 질량 입력.

향상된 정밀도와 정확도

외부 검량법을 사용하는 ICP-OES 분석은 대부분의 응용에서 높은 정밀도를 제공합니다. 그러나 주요 성분 및 순도 분석에는 훨씬 더 높은 수준의 정밀도가 필요합니다. ICP-OES 표준 브라케팅은 측정 과정 전반에 걸쳐 검량 표준과 시료의 측정을 번갈아 수행하는 고정밀 검량 기술입니다(그림 3). 이 분석법은 기기 변동성과 매트릭스 효과를 보정하여 뛰어난 정확도, 정밀도 및 추적성을 제공합니다.

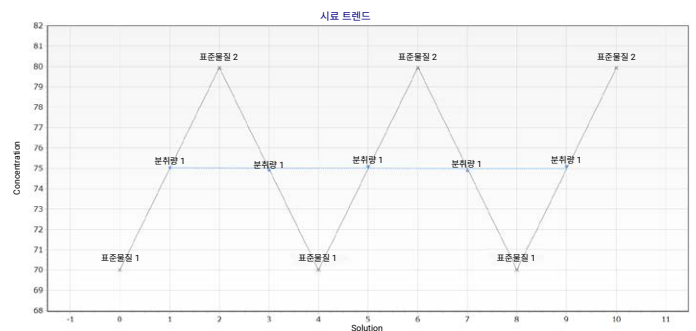


그림 3. 5개의 브라케팅 사이클(시료 측정 횟수)로 구성된 브라케팅 시퀀스의 예.

외부 및 표준 브라케팅 검량법의 정밀도를 평가하기 위해 Pd 금속 시료의 단일 분취량을 사용하여 비교를 수행했습니다. 시료 분취량은 3점 외부 검량법과 5사이클의 표준 브라케팅 방법을 사용하여 5번 측정했습니다.

각 검량법의 정밀도는 상대 표준 편차(RSD)를 사용하여 평가했고, 반복 측정 간의 재현성은 상대 백분율 차이(RPD)를 사용하여 평가했습니다. 표 2에서 볼 수 있듯이 표준 브라케팅은 외부 검량과 비교하여 %RSD 값을 3배 이상 향상시켰습니다. 두 가지 검량법 모두 허용 가능한 정밀도(RSD)를 나타냈지만, 표준 브라케팅은 반복 측정 간에 뛰어난 재현성을 보였습니다. 구체적으로, 외부 검량의 평균 RPD가 0.225인 데 비해 표준 브라케팅은 0.00056으로 400배 이상 향상되었습니다.

연구 결과는 표준 브라케팅이 측정 변동과 매트릭스 효과를 완화하는 데 효과적이며, 이를 통해 정량화가 더욱 정확해진다는 사실을 보여줍니다.

표 2. 외부 검량과 표준 브라케팅을 사용하여 Agilent 5800 ICP-OES로 결정된 Pd 금속 시료의 반복 측정 간 평균 농도(미세도), RSD 및 RPD(n=5).

		Pd 342.122		
검량법		평균 미세도 (%)	RSD (%)	RPD* (%)
표준 브라케팅	분취량 2	999.22	0.033	0.00056
	분취량 2_2	999.23	0.028	
외부 검량	분취량 2	993.75	0.089	0.225
	분취량 2_2	995.99	0.098	

*반복 측정 간의 일치를 반영합니다. RPD 값이 낮을수록 더 나은 일치를 나타냅니다.

실시간 보고를 위한 새로운 QC 유형

ICP Expert에는 SSUM이라고도 하는 시료 집계 기능이 포함되어 있습니다. 이 통계 도구는 ICP-OES 워크플로 및 QC 평가 중에 데이터를 요약하고 데이터 투명성을 향상시키는 데 도움이 됩니다. 이는 워크시트에 새 행으로 추가할 수 있습니다. SSUM을 추가하면 분석가는 실행이 진행됨에 따라 동적으로 업데이트되는 사용자 정의 결과 계산 및 보고 지표를 정의할 수 있습니다. 이 기능은 다양한 시료 전처리 과정에서 데이터를 쉽게 추적할 수 있도록 실시간으로 여러 측정을 처리합니다. Pd 금속의 1번째 분취량에 대해 표시된 예(그림 4)에서 세 개의 SSUM(보라색) 행이 별도로 추가되어 서로 다른 분석 목적에 이용되었습니다.

SSUM은 이전 브라케팅 시퀀스에서 생성된 값을 사용하여 시료 결과를 요약하는 지표를 계산합니다. 이는 실시간 %RSD 및 RPD 값을 표시하는 데 사용할 수 있으며, 사용자 정의 임계값(예: 최대 허용 %RSD)을 초과하면 실행을 중지하도록 구성할 수 있습니다. SSUM을 워크플로에 통합하면 분석가가 실시간으로 문제를 식별 및 해결할 수 있어 쓸모 없는 데이터가 생성될 가능성을 줄이고 재실행을 방지할 수 있습니다.

SSUM을 사용하면 분석 페이지의 글로벌 표시 설정과 관계없이 선호하는 측정 단위로 결과를 지속적으로 표시할 수도 있습니다. 이러한 유연성은 분석가에게 더 큰 활용성을 제공하는데, 특히 다양한 데이터 세트나 보고 형식으로 결과를 비교할 때 더욱 그렇습니다.

용액 라벨	타임스탬프	Pd 1 340.458nm ppm
분취량 1	10/16/2025 1:38:59 PM	96.6845
표준물질 2	10/16/2025 1:41:23 PM	99.9509
농도(mg/L)		96.7024
시료 RSD		0.0482
미세도		996.9319

그림 4. 시료 집계(또는 SSUM) QC 행(보라색)을 사용하면 사용자 정의 레이블과 계산이 실행이 진행됨에 따라 자동으로 채워지며, 글로벌 분석 페이지 표시 설정에 관계없이 영구 단위로 표시됩니다.

향상된 결과 표시 기능

귀금속 산업의 특정 요구 사항을 충족하기 위해 ICP Expert 소프트웨어는 분석 결과를 순도로 변환하고 단순히 mg/L와 같은 농도 단위가 아닌 미세도(%)와 캐럿(k)으로 보고할 수 있습니다. 이러한 목적으로 워크시트에 관련 행을 추가할 수 있습니다(그림 5). 이러한 유연성 덕분에 업계 표준 용어로 시료 순도를 직접 해석할 수 있습니다.

순도 계산은 시료 전처리 중에 얻은 사용자 입력 중량 측정 데이터를 사용하여 자동으로 수행됩니다. 이러한 값을 워크시트에 직접 통합하면 추가적인 후처리나 수동 변환 단계 없이 각 시료의 순도를 자동으로 계산하고 표시할 수 있습니다.

이러한 간소화된 워크플로는 효율성을 높이고 보고의 일관성을 보장하며, 특히 순도가 중요한 사양인 Au, Pt, Pd 및 기타 고가 금속과 관련된 응용 분야에 유용합니다.

<input type="checkbox"/>	랙:튜브	용액 라벨	타임스탬프	Au 1 242.794 nm 캐럿	Au 2 267.594 nm 캐럿
<input type="checkbox"/>	2:9	표준물질 2	10/16/2025 12:43:49 PM	24.0000	24.0000
<input type="checkbox"/>		Ave (mg/L)		75.5402	75.6585
<input type="checkbox"/>		Ave (Fineness)		755.4024	756.5852
<input checked="" type="checkbox"/>		Ave (Karat)		18.1297	18.1580

그림 5. Agilent ICP Expert 소프트웨어에서 mg/L, 미세도, 캐럿 단위로 표시할 사용자 정의 단위를 설정하려면 워크시트에 추가 행(보라색으로 표시)을 삽입합니다.

결과 및 토의

시료 분석

3개의 귀금속 시료 2회 반복 측정 분취량을 표준 브라케팅 분석법 (5회 측정)을 사용하여 5800 VDV ICP-OES로 분석했습니다. 두 번째 분취량은 다시 반복하여 측정했습니다. 계산된 미세도 (‰) 값, 개별 측정에 대한 RSD, 반복 시료에 대한 RPD를 표 3에 나타내었습니다.

개별 브라케팅 사이클과 전체 브라케팅 시퀀스에 대한 모든 RSD 값은 0.18% 미만이었으며, 이는 ISO 분석법에서 지정한 0.3% 임계값보다 상당히 낮은 값입니다(표 4). 이러한 수준의 정밀도는 고순도 금속 측정에서 5800 ICP-OES 브라케팅 분석법의 견고성을 확인시켜 줍니다.

이러한 결과는 개별 측정뿐만 아니라 반복 시료에서도 뛰어난 재현성을 보여줍니다. 이러한 높은 수준의 정밀도는 분석 일 동안 시료 간 변동성을 효과적으로 보상하는 분석법의 효과성을 잘 보여주며, 까다로운 응용 분야에서도 주요 원소의 일관된 정량화를 보장합니다.

표 3. 세 개의 귀금속 시료 반복 측정에 대한 브라케팅 시퀀스의 시료 미세도 및 상대 표준 편차(RSD)와 상대 백분율 차이(RPD)(n=5).

		미세도(‰)	RSD(%)	RPD*(%)
Au 267.594	분취량 1	755.40	0.052	0.0036
	분취량 2	756.59	0.071	
	분취량 2-2	756.56	0.073	
Pd 342.122	분취량 1	997.21	0.055	0.00056
	분취량 2	999.22	0.033	
	분취량 2-2	999.23	0.028	
Pt 224.552	분취량 1	944.86	0.048	0.017
	분취량 2	941.36	0.044	
	분취량 2-2	941.52	0.072	

*반복 측정 간의 일치를 반영합니다. RPD 값이 낮을수록 더 나은 일치를 나타냅니다.

표 4. 개별 브라케팅 사이클 측정의 상대 표준 편차(RSD).

		RSD(%)				
		사이클 1	사이클 2	사이클 3	사이클 4	사이클 5
Au 267.594	분취량 1	0.086	0.018	0.025	0.058	0.069
	분취량 2	0.133	0.032	0.028	0.091	0.062
	분취량 2-2	0.101	0.071	0.154	0.023	0.052
Pd 342.122	분취량 1	0.014	0.065	0.019	0.038	0.077
	분취량 2	0.034	0.101	0.020	0.067	0.066
	분취량 2-2	0.051	0.025	0.063	0.066	0.077
Pt 224.552	분취량 1	0.084	0.058	0.011	0.180	0.032
	분취량 2	0.085	0.037	0.029	0.044	0.056
	분취량 2-2	0.065	0.030	0.088	0.092	0.046

결론

이 응용 연구에서는 Agilent 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 금, 팔라듐, 백금 합금의 주요 성분을 정량화할 때 고정밀 표준 브라케팅 검량법의 효과성을 보여주었습니다.

중량 측정으로 제조된 표준물질을 사용하고 내부 표준 보정을 도입함으로써 이 분석법은 기존 외부 검량에 비해 분석 정밀도 (RSD)를 3배 이상 향상시킵니다. 또한 시료 간 변동을 줄여서 반복 측정 간의 RPD 값이 400배 향상되었습니다.

표준 브라케팅 분석법의 높은 정밀도와 재현성 덕분에 귀금속 시료의 정확한 분석이 가능해져, 조성 제어가 ±0.1% 이내로 요구되는 고가 재료의 품질 관리에 이상적입니다.

Agilent ICP Expert Pro 소프트웨어의 최신 버전은 보다 원활한 표준 브라케팅 분석을 지원하고 워크시트 내 계산 및 사용자 정의 결과 표시를 위한 도구를 제공합니다. 이러한 접근 방식은 금속 합금 순도 테스트를 간소화하고, 업계 표준 용어로 시료 순도를 직접 해석할 수 있도록 하며, ISO 분석법에 따라 확실하고 추적 가능한 정량화를 제공합니다.

이 분석법은 배터리 소재, 촉매, 반도체, 비료 등 엄격한 성분 제어가 필요한 다른 응용 분야에도 유용합니다.

참고 자료

1. ISO 11494:2019 Jewellery and precious metals — Determination of platinum in platinum alloys — ICP-OES method using an internal standard element, <https://www.iso.org/standard/75285.html>
2. ISO 11495:2019 Jewellery and precious metals — Determination of palladium in palladium alloys — ICP-OES method using an internal standard element, <https://www.iso.org/standard/75284.html>
3. Integrated Design: Accuracy and Precision of Agilent ICP-OES Instruments, Agilent publication, [5994-8853EN](#)
4. Agilent ICP Expert Software: Powerful software with smart tools for ICP-OES, Agilent publication, [5994-1517EN](#)

이 응용 연구에 사용된 제품

애질런트 제품

5000 시리즈 VDV/SVDV ICP-OES용 Easy-fit 1.8mm 일체형 토치 [↗](#)

더블 패스 스프레이 챔버, 볼 조인트 소켓 및 UniFit 배수구가 있는 유리 사이클론 설계 [↗](#)

5000 시리즈 ICP-OES용 SeaSpray 동심 유리 네블라이저 [↗](#)

연동 펌프 튜빙, 흰색/흰색, 12/pk [↗](#)

연동 펌프 튜빙, 파란색/파란색, 12/pk [↗](#)

ADS 2 및 자동 시료 주입기용 희석제/운반체 병 키트(6L HDPE) [↗](#)

폐기물 용기 키트, 10L, Stay Safe 캡 및 필터 포함 [↗](#)

금(Au) 표준물질, 10,000µg/mL, 20% HCl, 100mL에 담겨 제공 [↗](#)

팔라듐(Pd) 표준물질, 10,000µg/mL, 10% HNO₃, 100mL에 담겨 제공 [↗](#)

백금(Pt) 표준물질, 10,000µg/mL, 20% HCl 100 mL에 담겨 제공 [↗](#)

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE-011159

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2025
2025년 12월 24일, 한국에서 발행
5994-8849KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
DF타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090(고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

 **Agilent**
Trusted Answers