

# Agilent 7700x/7800 ICP-MS를 이용하여 US EPA Method 6020A에 따라 고 매트릭스 시료를 간단하고 안정적으로 분석

응용 자료

환경

저자

Steve Wilbur, Craig Jones  
Agilent Technologies, Inc. USA



개요

Agilent 7700x/7800 ICP-MS는 다원자 간섭 제거를 위한 단일 충돌 셀 모드(헬륨 모드)의 단순성과 고유한 HMI(High Matrix Inference) 시스템의 뛰어난 매트릭스 내성을 결합하였습니다. Octopole Reaction System(ORS) 셀 기술은 복잡한 고 매트릭스 시료에 대하여 과거보다 높은 감도와 효율적인 간섭 제거를 제공하여, 일상적인 분석에서 반응 셀 가스의 필요성을 제거하였습니다. ORS의 헬륨 모드는 또한 효과적으로 간섭 보정 방정식을 제거할 수 있습니다. 이 두 가지 요소는 ICP-MS의 사용 편의성을 재정의하여, 복잡한 시료에 대한 다원소 분석에서 가장 일반적인 두 가지 오류의 원인을 제거하였습니다.

미국 환경보호국(EPA)의 Method 6020A에 따라, 15시간 동안 고 매트릭스 토양, 물, 바닷물 및 퇴적물의 시퀀스를 분석하였습니다. Agilent 7700x ICP-MS는 시퀀스 전체에 걸쳐 품질 관리 실패 없이, 6가지 표준 레퍼런스 물질의 인증값에 대해 탁월한 회수율을 제공하였습니다.

7800 ICP-MS에  
대해 검증됨



Agilent Technologies

## 서론

US EPA Method 6020A(개정판 4, 2007년 2월)는 물 시료와 폐기 추출물 또는 분해물에 포함된 대량 원소의 sub-µg/L 농도의 측정에 적용될 수 있습니다. EPA는 수용성 및 고체 폐기물 내의 23가지 원소에 대한 Method 6020A를 밸리데이션하기 위해 여러 실험실 연구를 수행하였습니다(표 1).

표 1. 현재 EPA가 Method 6020A에 대해 밸리데이션한 원소.  
\*화학물질색인 정보등록번호(CAS Registry Number)

원소	CASRN*
Aluminum(Al)	7429-90-5
Antimony(Sb)	7440-36-0
Arsenic(As)	7440-38-2
Barium(Ba)	7440-39-3
Beryllium(Be)	7440-41-7
Cadmium(Cd)	7440-43-9
Calcium(Ca)	7440-70-2
Chromium(Cr)	7440-47-3
Cobalt(Co)	7440-48-4
Copper(Cu)	7440-50-8
Iron(Fe)	7439-89-6
Lead(Pb)	7439-92-1
Magnesium(Mg)	7439-95-4
Manganese(Mn)	7439-96-5
Mercury(Hg)	7439-97-6
Nickel(Ni)	7440-02-0
Potassium(K)	7440-09-7
Selenium(Se)	7782-49-2
Silver(Ag)	7440-22-4
Sodium(Na)	7440-23-5
Thallium(Tl)	7440-28-0
Vanadium(V)	7440-62-2
Zinc(Zn)	7440-66-6

그러나 이 분석법을 사용하여 프로젝트 데이터 품질 목표를 충족하는 성능을 나타낼 수 있는 모든 원소를 분석할 수 있습니다. 먹는 물 규제를 위한 Method 200.8[1]과 달리, Method 6020A는 다원자 간섭 제거를 위한 충돌/반응 셀(CRC)과 같은 ICP-MS 기술의 발전을 제한하지 않습니다. 그 결과, Method 6020A는 Agilent 7700x/7800 ICP-MS에서 헬륨(He) 모드의 사용을 허용하며, 복잡한 미지 시료 유형에서도 모든 다원자 간섭을 손쉽게 효율적으로 제거할 수 있습니다.

적용 가능한 시료 유형과 농도가 매우 다양하기 때문에, 이는 Method 6020A에 대해 매우 중요합니다. 표 2는 일반적으로 Method 6020A를 사용하여 시료 분석 시의 문제점을 보여줍니다. 일반적인 환경 매트릭스에서, 거의 모든 원소는 다중 다원자 간섭을 받습니다. 이 모든 간섭을 동시에 제거할 수 있는 반응성 셀 가스가 없지만, He 모드는 통용적입니다. 이는 모든 다원자 간섭을 제거하기 위해, 다원자(간섭) 이온과 1원자(분석물질) 이온의 크기 차이를 이용하여, 신뢰성이 없는 간섭 보정 방정식의 필요성을 제거합니다.

표 2. 질산에 함유한 Na, Ca, C, S, P, Cl를 포함한 혼합 매트릭스가 질량 40 ~ 80의 원소에 대한 다원자 간섭

동위원소/원소	혼합 매트릭스 시료 내의 일반적인 다원자 간섭
<sup>45</sup> Sc	<sup>13</sup> C <sup>16</sup> O <sub>2</sub> , <sup>12</sup> C <sup>16</sup> O <sub>2</sub> H, <sup>44</sup> CaH, <sup>32</sup> S <sup>12</sup> CH, <sup>32</sup> S <sup>13</sup> C, <sup>33</sup> S <sup>12</sup> C
<sup>47</sup> Ti	<sup>31</sup> P <sup>16</sup> O, <sup>46</sup> CaH, <sup>35</sup> Cl <sup>12</sup> C, <sup>32</sup> S <sup>14</sup> NH, <sup>33</sup> S <sup>14</sup> N
<sup>49</sup> Ti	<sup>31</sup> P <sup>18</sup> O, <sup>48</sup> CaH, <sup>35</sup> Cl <sup>14</sup> N, <sup>37</sup> Cl <sup>12</sup> C, <sup>32</sup> S <sup>16</sup> OH, <sup>33</sup> S <sup>16</sup> O
<sup>50</sup> Ti	<sup>34</sup> S <sup>16</sup> O, <sup>32</sup> S <sup>18</sup> O, <sup>35</sup> Cl <sup>14</sup> NH, <sup>37</sup> Cl <sup>12</sup> CH
<sup>51</sup> V	<sup>35</sup> Cl <sup>16</sup> O, <sup>37</sup> Cl <sup>14</sup> N, <sup>34</sup> S <sup>16</sup> OH
<sup>52</sup> Cr	<sup>36</sup> Ar <sup>16</sup> O, <sup>40</sup> Ar <sup>12</sup> C, <sup>35</sup> Cl <sup>16</sup> OH, <sup>37</sup> Cl <sup>14</sup> NH, <sup>34</sup> S <sup>18</sup> O
<sup>53</sup> Cr	<sup>36</sup> Ar <sup>16</sup> OH, <sup>40</sup> Ar <sup>13</sup> C, <sup>37</sup> Cl <sup>16</sup> O, <sup>35</sup> Cl <sup>18</sup> O, <sup>40</sup> Ar <sup>12</sup> CH
<sup>54</sup> Fe	<sup>40</sup> Ar <sup>14</sup> N, <sup>40</sup> Ca <sup>14</sup> N, <sup>23</sup> Na <sup>31</sup> P
<sup>55</sup> Mn	<sup>37</sup> Cl <sup>18</sup> O, <sup>23</sup> Na <sup>32</sup> S, <sup>23</sup> Na <sup>31</sup> PH
<sup>56</sup> Fe	<sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> O, <sup>40</sup> Ca <sup>16</sup> O
<sup>57</sup> Fe	<sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> OH, <sup>40</sup> Ca <sup>16</sup> OH
<sup>58</sup> Ni	<sup>40</sup> Ar <sup>18</sup> O, <sup>40</sup> Ca <sup>18</sup> O, <sup>23</sup> Na <sup>35</sup> Cl
<sup>59</sup> Co	<sup>40</sup> Ar <sup>18</sup> OH, <sup>43</sup> Ca <sup>16</sup> O, <sup>23</sup> Na <sup>35</sup> ClH
<sup>60</sup> Ni	<sup>44</sup> Ca <sup>16</sup> O, <sup>23</sup> Na <sup>37</sup> Cl
<sup>61</sup> Ni	<sup>44</sup> Ca <sup>16</sup> OH, <sup>38</sup> Ar <sup>23</sup> Na, <sup>23</sup> Na <sup>37</sup> ClH
<sup>63</sup> Cu	<sup>40</sup> Ar <sup>23</sup> Na, <sup>12</sup> C <sup>16</sup> O <sup>35</sup> Cl, <sup>12</sup> C <sup>14</sup> N <sup>37</sup> Cl, <sup>31</sup> P <sup>32</sup> S, <sup>31</sup> P <sup>16</sup> O <sub>2</sub>
<sup>64</sup> Zn	<sup>32</sup> S <sup>16</sup> O <sub>2</sub> , <sup>32</sup> S <sub>2</sub> , <sup>36</sup> Ar <sup>12</sup> C <sup>16</sup> O, <sup>38</sup> Ar <sup>12</sup> C <sup>14</sup> N, <sup>48</sup> Ca <sup>16</sup> O
<sup>65</sup> Cu	<sup>32</sup> S <sup>16</sup> O <sub>2</sub> H, <sup>32</sup> S <sub>2</sub> H, <sup>14</sup> N <sup>16</sup> O <sup>35</sup> Cl, <sup>48</sup> Ca <sup>16</sup> OH
<sup>66</sup> Zn	<sup>34</sup> S <sup>16</sup> O <sub>2</sub> , <sup>32</sup> S <sup>34</sup> S, <sup>33</sup> S <sub>2</sub> , <sup>48</sup> Ca <sup>18</sup> O
<sup>67</sup> Zn	<sup>32</sup> S <sup>34</sup> SH, <sup>33</sup> S <sub>2</sub> H, <sup>48</sup> Ca <sup>18</sup> OH, <sup>14</sup> N <sup>16</sup> O <sup>37</sup> Cl, <sup>16</sup> O <sup>35</sup> Cl <sub>2</sub>
<sup>68</sup> Zn	<sup>32</sup> S <sup>18</sup> O <sub>2</sub> , <sup>34</sup> S <sub>2</sub>
<sup>69</sup> Ga	<sup>32</sup> S <sup>18</sup> O <sub>2</sub> H, <sup>34</sup> S <sub>2</sub> H, <sup>16</sup> O <sub>2</sub> <sup>37</sup> Cl
<sup>70</sup> Zn	<sup>34</sup> S <sup>18</sup> O <sub>2</sub> , <sup>35</sup> Cl <sub>2</sub>
<sup>71</sup> Ga	<sup>34</sup> S <sup>18</sup> O <sub>2</sub> H, <sup>35</sup> Cl <sub>2</sub> H, <sup>40</sup> Ar <sup>31</sup> P
<sup>72</sup> Ge	<sup>40</sup> Ar <sup>32</sup> S, <sup>35</sup> Cl <sup>37</sup> Cl, <sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> O <sub>2</sub>
<sup>73</sup> Ge	<sup>40</sup> Ar <sup>32</sup> SH, <sup>40</sup> Ar <sup>33</sup> S, <sup>35</sup> Cl <sup>37</sup> ClH, <sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> O <sub>2</sub> H
<sup>74</sup> Ge	<sup>40</sup> Ar <sup>34</sup> S, <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>
<sup>75</sup> As	<sup>40</sup> Ar <sup>34</sup> SH, <sup>40</sup> Ar <sup>35</sup> Cl, <sup>40</sup> Ca <sup>35</sup> Cl, <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub> H
<sup>77</sup> Se	<sup>40</sup> Ar <sup>37</sup> Cl, <sup>40</sup> Ca <sup>37</sup> Cl
<sup>78</sup> Se	<sup>40</sup> Ar <sup>38</sup> Ar
<sup>80</sup> Se	<sup>40</sup> Ar <sub>2</sub> , <sup>40</sup> Ca <sub>2</sub> , <sup>40</sup> Ar <sup>40</sup> Ca, <sup>32</sup> S <sub>2</sub> <sup>16</sup> O, <sup>32</sup> S <sup>16</sup> O <sub>3</sub>

또한 Method 6020A로 분석한 시료의 총 용존 고형물(TDS)은 매우 낮거나 매우 높을 수 있으며, 단일 시퀀스에 전체 TDS 범위를 포함할 수 있습니다. 따라서 ICP-MS 분석법은 광범위한 미지의 매트릭스 간섭과 폭넓은 분석물질 농도를 모두 수용해야 하며, 간단하고 일상적인 분석법을 제공하기 위해서는 시료에 대한 사전 정보 없이 이 모든 것을 달성해야 합니다. Agilent 7700x/7800 ICP-MS는 표준 사양인 고유한 HMI(High Matrix Improduction) 시스템과 고급 헬륨 충돌 기술(ORS)을 결합하여 사용함으로써 이를 달성합니다.

## 실험

Method 6020A 요구 사항에 따라, 계약 환경 실험실에서 일반적으로 발생하는 매트릭스의 유형을 대표하는 시료 시퀀스에 대해 분석하였습니다. 시퀀스는 물(NIST, Gaitersburg MD, USA), 토양 및 퇴적물 표준 레퍼런스 물질(고순도 표준물질, Charleston SC, USA)로 구성되어 1/10 및 1/50로 희석하여 분석하였으며, 합성 바닷물(SPEX Certiprep, Metucen NJ, USA)과 스파이크 된 바닷물도 분석되었습니다(그림 1). 또한 일련의 농도가 낮은 표준물질을 분석하여 분석법 검출 한계(MDL)를 계산하였습니다.

단일 초기 검량 후, 약 15시간 동안 총 156가지 시료, 표준물질 및 바탕 시료를 분석하였습니다. 지속적인 검량 바탕 시료(CCB) 및 지속적인 검량 검증(중간점) 표준물질(CCV)은 10개 시료마다 자동으로 분석되었습니다. 또한 Method 6020A의 최신의 업데이트 사항이 요구한 대로, 각 CCV 블록의 저농도 CCV(LLCCV)를 분석하였습니다.

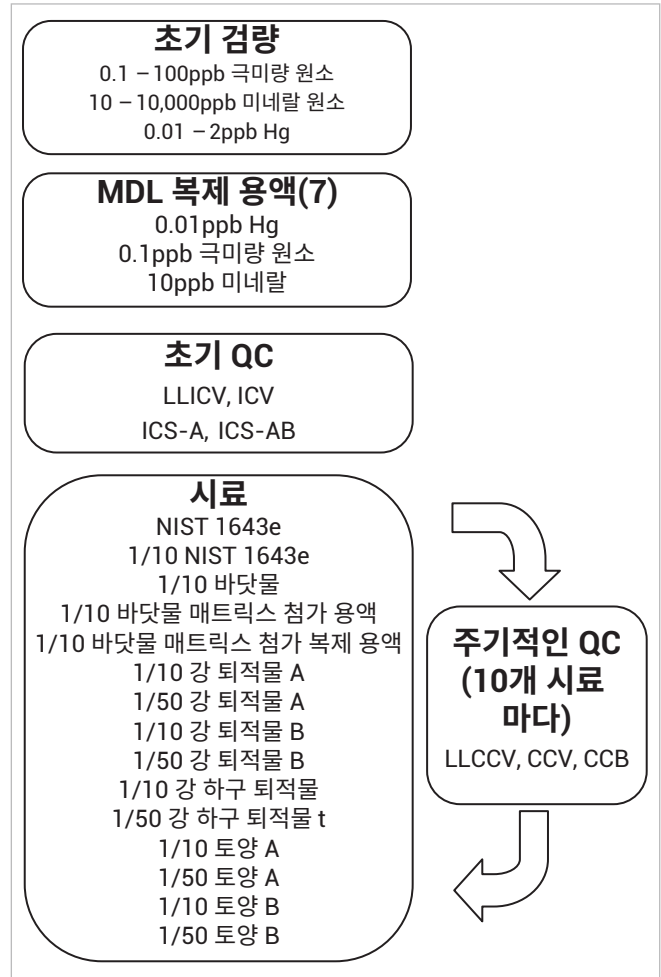


그림 1. EPA Method 6020A의 요구 사항에 따라 분석된 시료의 복합 혼합 물에 대한 일반적인 환경 분석을 시뮬레이션하는 시퀀스

## 기기

Agilent 7700x ICP-MS는 견고한 표준 플라즈마 조건(1% CeO/Ce 이하)에서 작동하며, 통합된 HMI 시스템을 사용하여 매트릭스 억제를 효과적으로 제거하고 고 매트릭스 시료에서 장기 안정성을 유지합니다(표 3). No gas 모드에서 수집하는, 일반적인 매트릭스에서 다원소 간섭의 영향을 받지 않는 낮은 질량 및 높은 질량 원소를 제외하고, 모든 분석물질은 HE 모드를 사용하여 수집되었습니다. 표 4는 각 원소의 수집 모드를 보여줍니다.

모든 분석물질은 제일 이상적인 가장 풍부한 동위원소를 사용하였으며, HE 모드에서 간섭을 신뢰성 있게 제거할 수 있다는 것은 시료 매트릭스와 관계 없이, 동일한 동위원소를 사용한다는 것을 의미합니다.

또한 모든 매트릭스의 모든 분석물질에는 간섭 보정 방정식이 적용되지 않았습니다. 이것은 광범위한 시료 유형에 걸쳐 간소화된 분석법 설정을 제공합니다.

표 3. No gas 모드 및 He 모드(\*Se 및 V = 12 mL/min)에 사용하는 ICP-MS 작동 조건

파라미터	값	
	No gas 모드	He 모드
순방향 출력(W)	1550	동일함
시료 깊이(mm)	8	동일함
Nebulizer 펌프 속도(rps)	0.1	동일함
운반 가스(L/분)	0.6	동일함
희석 가스(L/분)	0.4	동일함
희석 모드	켜짐	동일함
Extract 1(V)	0	동일함
운동 에너지 판별(KED)(V)	3	4
셀 가스 유속(mL/분 He)	0	4*

## 결과

### 분석법 검출 한계

표 4는 초기 검량 직후에 측정된 저농도 다원소 표준물질에 대한 7회 반복 분석(각 분석물질에 대해 추정된 MDL의 3~5배)에서 확정된 3 시그마 MDL( $\mu\text{g/L}$ )을 보여줍니다. 거의 모든 경우에, 단자리 수부터 낮은 두 자릿수의 ppt MDL까지 달성하였으며, 이는 이 분석에 대한 일반적인 요구보다 현저히 낮습니다. Na, K, Ca과 같은 일반 미네랄 원소도 단자리 수의 ppb MDL을 나타냈습니다.

표 4. 시퀀스 시작 시 저농도 표준물질의 7회 반복 분석으로부터 계산된  $\mu\text{g/L}$ (ppb)로 표시된 3-시그마 분석법 검출 한계(ppb)

질량	원소	모드	MDL( $\mu\text{g/L}$ )
9	Be	no gas	0.019
23	Na	He	2.134
24	Mg	He	0.582
27	Al	He	0.214
39	K	He	1.873
44	Ca	He	3.171
51	V	He	0.007
52	Cr	He	0.012
55	Mn	He	0.012
56	Fe	He	0.157
59	Co	He	0.004
60	Ni	He	0.011
63	Cu	He	0.012
66	Zn	He	0.028
75	As	He	0.013
78	Se	He	0.034
95	Mo	no gas	0.016
107	Ag	no gas	0.007
111	Cd	no gas	0.009
121	Sb	no gas	0.008
137	Ba	no gas	0.015
201	Hg	no gas	0.005
205	Tl	no gas	0.005
208	Pb	no gas	0.005
232	Th	no gas	0.009
238	U	no gas	0.004

### 저농도에서의 성능 검증 - LLCCV

Method 6020A(2007년 2월)의 새로운 요구 사항은 시스템이 전체 시료 시퀀스 과정에 대한 보고 한계에서 지속적으로 시료를 정확하게 측정하는 것을 검증하기 위해, 저농도의 지속적인 검량 검증(LLCCV) 시료를 분석하는 것입니다. 권장되는 회수율 한계는 실제 값의  $\pm 30\%$ 입니다. LLCCV 시료는 CCV 및 CCB 표준물질과 함께 주기적인 QC 블록에 포함되었습니다. 대부분 원소의 LLCCV 농도는 0.5ppb이고, 미네랄 원소(Na, K, Ca, Mg, Fe)의 LLCCV 농도는 50ppb이며, Hg의 LLCCV 농도는 0.05ppb이었습니다. 15시간의 시퀀스에서 LLCCV를 5회 분석하였습니다. 5회 반복 분석에 대한 RSD는 대부분 3%이하이고 모든 원소의

회수율은 ±30% 한계(대부분 ±10%) 이내였습니다 (저농도 오염으로 인한 Hg 제외)(표 5). 이는 Agilent 7700x ICP-MS의 탁월한 감도 및 정확성과 뛰어난 장기 안정성을 입증하였습니다.

### 측정 범위(dynamic range)

가장 간단하고 정확한 분석을 제공하려면 기기는 과도한 희석이나 범위에 벗어난 결과가 발생하지 않도록 일반적인 시료를 분석하기에 충분한 측정 범위(dynamic range)를 가지고 있어야 합니다. 표 4는 일반적인 환경 실험실 조건에서 거의 모든 원소에 대한 측정 범위(dynamic range)의 하한을 단자리 수 ppt로 정립합니다. 이는 표 5에 보여주는 LLCCV 회수율에 의해 검증되었습니다.

표 5. 15시간 시퀀스 동안의 저농도 CCV(LLCCV) 반복 분석의 정밀도(%RSD) 및 정확도(% 회수율). \*Hg LLCCV에서 일부 오염 발생, 예상 값 = 50ppt

원소	평균 n=5 (µg/L)	%RSD	회수율(%)
Be	0.492	4.1	98.4
Na	43.146	11.0	86.3
Mg	48.160	0.9	96.3
Al	0.416	17.6	83.2
K	48.106	6.7	96.2
Ca	39.387	9.3	78.8
V	0.489	0.9	97.9
Cr	0.504	1.7	100.8
Mn	0.485	1.5	97.1
Fe	49.210	1.4	98.4
Co	0.489	2.0	97.8
Ni	0.509	3.0	101.9
Cu	0.508	2.3	101.6
Zn	0.433	4.1	86.7
As	0.498	1.1	99.7
Se	0.482	5.3	96.4
Mo	0.470	2.4	94.0
Ag	0.471	2.2	94.2
Cd	0.489	0.9	97.8
Sb	0.479	1.2	95.8
Ba	0.492	4.9	98.4
Hg	0.068	10.4	135.7*
Tl	0.461	1.5	92.1
Pb	0.480	1.3	96.0
Th	0.461	1.6	92.3
U	0.461	1.6	92.1

상한선은 최고 검량 농도(추적 원소: 100ppb, 미네랄 원소: 10ppm) 또는 직선 범위 표준물질에 의해 정립됩니다. 본 작업에서, 임의의 인증 표준물질(CRM)을 직선 범위 표준으로 사용할 수 있습니다. 표 6은 6가지 CRM에 대한 인증 농도를 보여줍니다. 각 원소의 최고 농도는 “최대” 열에 표시됩니다. 1/10로 희석된 시료의 경우, 기기에서의 농도는 마지막 열에 표시됩니다. 본 작업에서 사용된 간단한 조건 하에, 문서화된 측정 범위(dynamic range)는 2ppt에서 120ppm이상이었으며, 기타 작업은 일부 원소에 대해 1000ppm을 초과하는 상한 범위를 제공합니다[1].

### 정확도 및 정밀도 - 인증 값의 회수율

15시간 시퀀스 동안 반복적으로 총 6가지의 CRM을 분석하였습니다(표 6). 여기에는 NIST 1643e(물), 고순도 표준물질 CRM-ES(강 하구 퇴적물), CRM-RS-A, CRM-RS-B(강 퇴적물), CRM-Soil-A 및 CRM-Soil-B(토양)가 포함되어 있습니다. 모든 CRM은 희석되지 않았거나(NIST 1643e), 1% HNO<sub>3</sub>/0.5% HCl에서 10회 희석하였거나(NIST 1643e 및 모든 고순도 표준물질 CRM), 또는 50배로 희석하였기에(모든 고순도 표준물질 CRM), 더 이상의 시료 전처리 과정 없이 분석되었습니다. 결과는 표 7과 같습니다.

표 6. 분석된 6가지의 인증 표준물질의 구성(제공된 원래의 수용액 내의 µg/L) 마지막 두 열은 이 시퀀스에서 나타나는 측정 범위(dynamic range)를 입증하는 6가지 CRM의 원소별 최고 농도 표시

원소	NIST 1643e (µg/L)	CRM-ES (µg/L)	CRM-RS-A (µg/L)	CRM-RS-B (µg/L)	CRM-Soil-A (µg/L)	CRM-Soil-B (µg/L)	최대 (µg/L)	1/10로 희석 (µg/L)
Be	13.98	20	0	0	0	0	20	2
Na	20740	200000	0	50000	70000	100000	200000	20000
Mg	8037	100000	70000	120000	70000	80000	120000	12000
Al	141.8	700000	250000	600000	500000	700000	700000	70000
K	2034	150000	150000	200000	200000	210000	210000	21000
Ca	32300	80000	300000	300000	350000	125000	350000	35000
V	37.86	1000	250	1000	100	800	1000	100
Cr	20.4	800	300000	15000	0	400	300000	30000
Mn	38.97	4000	8000	6000	100	100000	100000	10000
Fe	98.1	350000	1200000	400000	200000	350000	1200000	120000
Co	27.06	100	100	150	0	100	150	15
Ni	62.41	300	500	500	300	200	500	50
Cu	22.76	200	1000	1000	300	3000	3000	300
Zn	78.5	1500	15000	5000	1000	70000	70000	7000
As	60.45	100	600	200	200	6000	6000	600
Se	11.97	50	20	10	10	0	50	5
Mo	121.4	0	0	0	0	0	121.4	12.14
Ag	1.062	0	0	0	0	0	1.062	0.1062
Cd	6.568	0	100	30	0	200	200	20
Sb	58.3	0	500	40	30	400	500	50
Ba	544.2	0	500	4000	5000	7000	7000	700
Tl	7.445	0	10	10	0	0	10	1
Pb	19.63	300	7000	2000	400	60000	60000	6000
Th	0	100	20	100	100	100	100	10
U	0	0	10	30	10	250	250	25

표 6. 6가지 인증 표준물질에 대한 인증 값 회수율. 10배로 희석된 시료와 50배로 희석된 시료 사이의 훌륭한 일치성은 뛰어난 감도, 매트릭스 내성, 정밀도 및 직선 범위를 의미. 빈칸은 해당 원소에 대해 인증된 값이 없음을 나타냄.

	NIST 1643e	NIST 1643e (10배)	강 하구 퇴적물 (10배)	강 하구 퇴적물 (50배)	강 퇴적물 "A" (10배)	강 퇴적물 "A" (50배)	강 퇴적물 "B" (10배)	강 퇴적물 "B" (50배)	토양 "A" (10배)	토양 "A" (50배)	토양 "B" (10배)	토양 "B" (50배)
9 Be	107.6%	106.6%	95.8%	102.1%								
23 Na	94.9%	92.9%	96.7%	96.8%			102.8%	117.1%	95.0%	97.8%	91.9%	93.4%
24 Mg	101.5%	91.7%	101.0%	101.9%	97.8%	94.8%	102.2%	104.9%	99.5%	93.2%	96.4%	90.6%
27 Al	103.9%	105.9%	99.6%	100.9%	100.8%	99.1%	101.8%	104.1%	98.0%	100.1%	96.1%	97.8%
39 K	99.7%	88.5%	100.5%	99.5%	99.3%	103.9%	102.8%	104.0%	97.8%	98.7%	95.5%	95.6%
44 Ca	101.9%	100.1%	97.3%	99.4%	100.1%	101.7%	97.7%	99.7%	97.2%	100.0%	96.7%	99.0%
51 V	102.3%	100.0%	97.8%	97.2%	99.8%	102.0%	97.3%	98.2%	99.3%	99.3%	96.8%	96.5%
52 Cr	103.5%	102.1%	96.5%	97.5%	102.7%	106.1%	101.8%	104.8%			94.3%	96.1%
55 Mn	101.4%	98.5%	104.2%	95.8%	105.9%	100.1%	104.5%	97.7%	99.1%	100.9%	98.5%	99.6%
56 Fe	104.0%	108.8%	99.2%	100.8%	101.1%	104.4%	98.8%	101.5%	97.8%	99.9%	96.1%	97.8%
59 Co	99.0%	96.7%	99.4%	100.9%	112.4%	116.9%	98.1%	101.4%			99.4%	101.3%
60 Ni	101.8%	100.7%	96.8%	100.0%	101.2%	105.7%	96.0%	100.3%	96.0%	99.4%	96.8%	100.4%
63 Cu	100.5%	98.8%	94.8%	98.6%	98.1%	102.5%	94.6%	99.1%	94.6%	98.0%	100.4%	97.1%
66 Zn	98.7%	101.8%	94.5%	99.2%	105.1%	102.5%	94.4%	100.1%	96.2%	100.5%	100.0%	106.2%
75 As	101.0%	102.1%	99.9%	101.8%	101.7%	105.6%	100.0%	102.1%	100.2%	102.2%	99.3%	100.7%
78 Se	94.9%	101.0%	99.2%	101.4%			93.6%	95.0%	93.8%	94.3%		
95 Mo	107.3%	96.5%										
107 Ag	93.1%	91.3%										
111 Cd	99.2%	100.9%			99.6%	101.3%	97.8%	100.3%			96.8%	98.4%
121 Sb	102.2%	99.7%			100.6%	100.5%	100.0%	99.2%	101.2%	99.5%	101.8%	101.5%
137 Ba	107.9%	99.8%			100.0%	101.2%	107.9%	101.4%	107.1%	99.9%	105.5%	98.0%
205 Tl	95.5%	94.1%			88.0%	95.7%	84.0%	95.1%				
208 Pb	101.3%	104.6%	94.2%	98.6%	107.4%	110.6%	104.3%	101.6%	102.1%	99.8%	104.8%	108.8%
232 Th			94.6%	97.8%	98.4%	98.9%	93.9%	94.8%	96.5%	97.9%	97.3%	98.8%
238 U					97.1%	98.1%	91.3%	93.6%	94.1%	96.6%	107.7%	97.4%

**정확도 및 정밀도 - 1/10 바닷물 내의 매트릭스 첨가 용액(MS) 및 매트릭스 첨가 복제 용액(MSD)**

바닷물은 여러 가지 이유로 까다로운 매트릭스입니다. 순수한 바닷물에는 약 3%의 총 용존 고형물(주로 NaCl)이 들어 있으며, 이것들은 nebulizer 팁, 토치 주입기 및 인터페이스 콘에 축적되어 신호 불안정성과 점차적인 감도 저하를 초래할 수 있습니다. 또한 Na는 쉽게 이온화되는 원소이며(첫 이온화 전위(IP) = 5.14 eV), 견고하지 않는 플라즈마의 Zn, As, Se, Cd 및 Hg와 같은 보다 높은 IP 원소의 반응을 현저하게 감소시킬 수 있습니다. 합성 바닷물(3% 고순도 NaCl)를 1/10로 희석하고 10ppb의 검량 표준 혼합물(1ppm의

미네랄 원소)을 반복 시료(MS 및 MSD)에 첨가하였습니다. 전체 시퀀스 과정에서 MS와 MSD를 각각 4회 측정하였습니다. 4회 측정의 평균 결과를 표 8에 나와 있습니다. 대부분의 회수율은 ±10% 이내였고, 15시간 시퀀스의 %RSD는 일반적으로 몇 퍼센트였습니다. 모든 경우에, RPD 값은 EPA 한계의 ±20% 범위 내에 있습니다.

**표 8.** 10ppb 첨가 용액(1ppm Ca, Fe)에 대한 1/10 바닷물 매트릭스 첨가 용액(MS) 및 매트릭스 첨가 복제 용액(MSD)의 결과는 MS와 MSD 시료의 %RSD 및 % 회수율의 반복 측정(n=4) 평균값을 나타냄. RPD = 평균 MS와 평균 MSD 값의 상대 퍼센트 차이

	매트릭스 첨가 용액			매트릭스 첨가 복제 용액			RPD
	평균	%RSD	% 회수율	평균	%RSD	% 회수율	
9 Be	10.513	4.0	105.1	10.572	4.4	105.7	-0.6
24 Mg	928.493	5.4	92.8	921.914	5.4	92.2	0.7
44 Ca	892.134	5.8	89.2	905.386	10.0	90.5	-1.5
51 V	10.246	3.8	102.5	8.848	1.7	88.5	13.6
52 Cr	9.82	6.6	98.2	8.71	1.8	87.1	11.3
55 Mn	9.557	4.9	95.6	9.433	1.9	94.3	1.3
56 Fe	886.110	2.0	88.6	905.780	1.8	90.6	-2.2
59 Co	9.205	3.0	92.1	9.098	2.8	91.0	1.2
60 Ni	9.144	3.1	91.4	9.216	3.6	92.2	-0.8
63 Cu	8.895	4.6	89.0	8.835	4.3	88.3	0.7
66 Zn	9.470	5.1	94.7	8.833	5.0	88.3	6.7
75 As	10.220	1.1	102.2	8.099	0.4	81.0	20.8
78 Se	9.241	6.4	92.4	8.799	2.5	88.0	4.8
95 Mo	9.859	2.6	98.6	8.349	1.5	83.5	15.3
107 Ag	8.826	1.2	88.3	8.774	0.8	87.7	0.6
111 Cd	9.268	1.0	92.7	9.146	2.7	91.5	1.3
121 Sb	9.741	2.5	97.4	9.687	3.1	96.9	0.6
137 Ba	9.990	1.8	99.9	9.998	0.7	100.0	-0.1
205 Tl	8.708	5.4	87.1	8.707	6.0	87.1	0.0
208 Pb	8.879	7.3	88.8	8.698	6.8	87.0	2.0
232 Th	9.397	6.6	94.0	9.316	7.6	93.2	0.9
238 U	9.447	7.6	94.5	9.229	8.2	92.3	2.3

### 정밀도 및 장기 안정성

15시간 시퀀스 과정에 반복 시료의 모든 반복 분석에 대한 상대 표준 편차(%RSD)를 계산하여 장기 정밀도를 측정하였습니다. CCV와 NIST 1643e를 가장 많이 분석하였습니다(각각 n=8과 n=6). 몇 퍼센트 내의 %RSD 값은 재검량할 필요 없이 긴 시퀀스에 걸쳐 우수한 정밀도를 나타냅니다(표 9).

**표 9.** 15시간 순차 과정 동안, 지속적인 검량 검증(CCV) 표준물질(검량 범위의 중간점)과 NIST 1643e 물(희석되지 않음)에 대한 장기 정밀도(%RSD).

원소	% 상대 표준 편차	
	CCV(n=8)	NIST 1643e(n=6)
9 Be	3.7	7.0
23 Na	5.5	5.9
24 Mg	4.1	5.0
27 Al	2.1	4.6
39 K	4.1	9.4
44 Ca	3.5	5.4
51 V	1.3	1.1
52 Cr	4.1	3.9
55 Mn	3.4	4.0
56 Fe	3.3	3.1
59 Co	3.0	2.5
60 Ni	4.0	3.0
63 Cu	4.2	3.1
66 Zn	3.0	2.2
75 As	0.9	0.5
78 Se	0.8	2.0
95 Mo	3.0	2.2
107 Ag	3.2	2.1
111 Cd	1.5	1.3
121 Sb	0.8	3.7
137 Ba	1.9	1.0
205 Tl	3.7	3.6
208 Pb	3.1	4.3
232 Th	4.6	N/A
238 U	5.3	N/A

검량선 중간점 농도의 지속적인 검량 검증(CCV) 시료에 대한 반복 분석을 통해 검량 정확도와 정밀도를 측정하였습니다. 그림 2는 8가지 CCV 시료 각각에 대한 모든 원소의 회수율을 보여줍니다. 모든 분석물질의 CCV는 EPA 한계의 ±10%를 초과하지 않았습니다.

시퀀스 시작부터 끝까지 원 내부 표준물질 반응을 비교하여 절대 장기 안정성(드리프트 없음)을 측정합니다. 내부 표준물질 반응은 또한 고 매트릭스 시료로부터의 억제 정도를 나타냅니다. EPA Method 6020A는 모든 시료에 대한 내부 표준물질 반응은 검량



**7800 ICP-MS에  
대해 검증됨**



본 자료에 제시된 결과는 7700x를 사용하여 얻었지만, 7800 ICP-MS에도 적용 가능합니다.

**www.agilent.com**

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다.

이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2015

2015년 6월 16일 발행

발행물 번호: 5990-5514KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418  
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부  
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



**Agilent Technologies**