응용 자료

환경

ICP-OES를 이용한 토양 분석 워크플로 자동화

Advanced Dilution 시스템을 갖춘 Agilent 5800 ICP-OES를 사용한 효율적인 고 매트릭스 시료 분석

저자

Daniel McCarthy

Agilent Technologies, Inc.

서론

많은 환경 테스트 실험실에서 일반적인 대량의 시료 처리를 관리하기 위해 ICP-OES 사용자에게는 일관된 질 높은 결과를 생성하는 동시에 빠른 시료 간 분석 시간을 제공하는 기기가 필요합니다. 애질런트는 Agilent ICP-OES(및 ICP-MS) 기기용 Advanced Dilution 시스템(ADS 2)을 개발했습니다. ADS 2는 고급 밸브 시스템(AVS)을 포함하는 지능형 자동 희석 시스템입니다. 이 시스템은 전체 분석 과정에 걸쳐 많은 수작업을 자동화하여 ICP-OES 워크플로의 생산성을 향상시킵니다.[1]

ICP-OES 분석법의 성공적인 실행을 위해서는 기존에 분석자의 수작업이 필요했습니다. 일반적인 시료 전처리 절차의 일부로 검량 표준물질 준비와 시료 희석 등을 이러한 수작업의 예로 들 수 있습니다. 또한 시료의 초기 측정 결과가 검량 범위 및/또는 선형 측정 범위를 초과하는 결과를 생성하는 경우 분석자가 시료를 추가로 희석합니다. 이러한 각 수작업 단계에서 시약 오염이나 작업자 실수가 발생할 수 있으며 결과의 품질이 저하될 가능성이 있습니다.

ICP-OES 시료 주입 시스템의 일부로 스위칭 밸브를 포함하면 시료 처리량을 크게 늘릴 수 있습니다. 자동 희석 액세서리를 추가로 포함하면 수동 희석과 관련된 작업자 실수를 효과적으로 방지할 수 있습니다. 그러나 많은 자동 희석 액세서리의 작동 방식은 스위칭 밸브의 이점을 부분적으로 무효화하여 희석이 수행되지 않을 때 시료 처리량에 영향을 미칩니다. 그러나 ADS 2 자동 희석 시스템을 사용하면 검량 표준물질 준비 및 시료 희석과 관련된 노동집약적이고 오류가 발생하기 쉬운 작업을 자동화할 때의 모든 이점을 누릴 수 있습니다. AVS 7 스위칭 밸브를 사용하여 얻을 수 있는 시료 처리량 이점을 그대로 유지하면서 이러한 모든 이점을 얻을 수 있습니다. 희석이 필요하지 않은 경우 액세서리는 시료 간 측정 시간에 최소한의 영향만 미칩니다.

본 연구에서는 AVS 7 스위칭 밸브와 ADS 2 자동 희석 시스템(그림 1)이 장착된 Agilent 5800 VDV(Vertical Dual View) ICP-OES를 사용하여 EPA 6010D 표준 분석법에 따라 토양 시료를 분석했습니다.[2] 토양 시료의 변동성이 매우 크기 때문에 이 분석법을 사용하려면 다양한 검량 표준물질을 사용해야 합니다. AVS 7이 탑재된 5800 ICP-OES는 ADS 2가 선형 검량을 생성하고 범위를 초과하는 시료에 대해 반응성 희석을 진행할 수 있어 고처리량 분석에서 고품질 데이터를 얻고 시료 간 분석 시간을 단축할 수 있습니다.

토양 시료는 EPA 분석법 3051A3에 따라 마이크로웨이브 보조 질산(HNO_3) 분해를 통해 준비되었습니다.[3] 이 연구에서 보고된 32개 원소에는 은, 알루미늄, 비소, 붕소, 바륨, 베릴륨, 칼슘, 카드뮴, 세륨, 코발트, 크롬, 구리, 철, 수은, 칼륨, 리튬, 마그네슘, 망간, 몰리브덴, 나트륨, 니켈, 인, 납, 안티몬, 셀레늄, 주석, 스트론튬, 티타늄, 탈륨, 바나듐, 아연 및 지르코늄이 포함됩니다.

실험

기기

ICP-OES

모든 측정은 Agilent ICP Expert Pro 소프트웨어로 작동되는 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 수행되었습니다. 5800 ICP-OES의 수직형 토치는 EPA 6010D 분석법을 사용하여 실행할 수 있는 매우 가변적인 토양 시료를 포함하여 다양한 시료에 대해 장기간 안정적인 측정을 보장합니다. 또한 기기의 정교한 VistaChip III 검출기는 고속 연속 파장 범위를 제공하므로 분석자는 분석을 지연시키지 않으면서 각 원소에 대해 여러 파장을 선택할 수 있습니다.

그림 1. AVS 스위칭 밸브(왼쪽), Agilent ADS 2(가운데) 및 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기(오른쪽)가 통합된 Agilent 5800 VDV ICP-OES.

자동 희석 및 시료 전처리 시스템

자동 희석, 빠른 시료 분석 및 높은 시료 처리량을 위해 5800 VDV ICP-OES에는 ADS 2 및 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기가 장착되었습니다(그림 1).

ADS 2는 기기 옆에 배치되고 ICP Expert Pro 소프트웨어를 통해 완전히 제어되는 이중 시린지, 3밸브 자동 희석 시스템입니다*. 자동 희석을 수행할 때 시린지는 희석제와 시료를 정확한 비율로 루프 내로 신속하게 전달하여 2-400배의 희석률을 얻습니다. 자동 희석을 수행하지 않는 경우, 스위칭 밸브를 사용하면 시료가 ADS 2 시스템을 거의 완전히 우회할 수 있습니다. 이 설계를 통해 시료 희석이 필요하지 않을 때 빠른 시료 주입과 높은 시료 처리량의 이점이 유지됩니다.

5800 ICP-OES에는 더블 패스 유리 사이클론 스프레이 챔버, 1.8mm 주입기가 있는 Easy-fit 분리형 VDV 토치 및 SeaSpray 네뷸라이저가 장착되었습니다. 기기 작동 조건은 표 1-3에 나열되어 있습니다.

*ICP Expert 7.7 이상 버전과 호환되는 ADS 2

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

파라미터	설정	
관측 모드	Axial	Radial
판독 시간(초)	10	10
반복 횟수	3	3
시료 흡입 지연(초)	0	
안정화 시간(초)	10	0
헹굼 시간(초)	0	
펌프 속도(rpm)	12	
RF 전력(kW)	1.2	
Aux 유속(L/분)	1	
플라즈마 유속(L/분)	12	
네뷸라이저 유속(L/분)	0.7	
관측 높이(mm)	NA	8
시료 펌프 튜브	흰색-흰색	
내부 표준 펌프 튜빙	검정색-검정색	
폐기물 펌프 튜브	파란색-파란색	
백그라운드 보정	오프 피크 좌/우*	

**오프 피크 백그라운드 보정 및 원소 간 보정(IEC)은 일반적으로 US EPA 6010D 분석법을 실행하는 분석자에 의해 수행됩니다.*

표 2. Agilent AVS 7 스위칭 밸브 시스템 파라미터.

파라미터	설정
시료 루프 크기(mL)	1.5
펌프 속도 – 흡입(mL/분)	40
펌프 속도 – 주입(mL/분)	7
밸브 흡입 지연(초)	11
버블 주입 시간(초)	1.4
선제적 헹굼 시간(초)	2

표 3. Agilent ADS 2 자동 희석 시스템 파라미터.

파라미터	설정
희석 루프 크기(mL)	1.5
담체 시린지 부피(mL)	5
희석제 시린지 부피(mL)	10

표준물질 및 시료 전처리

검량 표준물질

검량 표준 원액과 간섭 보정 표준물질은 High-Purity Standards(Charleston, SC, USA)에서 구입한 다양한 단일 원소 원액으로 제조되었습니다*. 단일 원소 표준물질의 다양한 조합으로 구성된 4가지 고농도 원액이 10% HNO_3에서 제조되었습니다.

그런 다음 검량 표준 원액의 다중 희석이 인라인으로 자동으로 준비되어 ADS 2 시스템을 사용해 5800 ICP-OES에 도입되었습니다. 100배, 10배 및 1배(희석되지 않음) 희석률로 검량 표준물질을 분석했습니다. 더 큰 자릿수의 검량 범위를 포괄해야 하는 경우 ADS 2 시스템을 사용하여 다양한 농도의 원소를 포함하는 여러 개의 별도 원액 표준물질을 사용할 수 있습니다.

표준물질 및 시료

세 가지 NIST 표준 참조 물질(SRM)을 분석하여 분석법의 정확성을 평가했습니다. 이 세 가지 SRM은 각각 2709a San Joaquin Soil, 2710a Montana Soil I 및 2711a Montana Soil II 입니다. 10% HNO_3 내 5ppm 이트륨(Y), 5ppm 루테튬(Lu), 5ppm 이리듐(Ir) 및 100ppm 루비듐(Rb)을 함유한 내부 표준 용액(IS)이 AVS 7에 의해 모든 용액에 인라인으로 자동 첨가되었습니다.

시료 전처리

EPA 3051A에 제공된 지침에 따라 토양 SRM 시료의 분석을 준비했습니다. 각 시료별로 약 0.75g을 정확하게 칭량하고 깨끗한 석영 마이크로웨이브 용기로 옮겼습니다. 시료를 6mL의 18MΩ 탈이온수(Millipore) 및 6mL의 HNO_3(Merck)에서 약 15분 동안 사전 분해되도록 두었습니다. 이어서, 용기를 캡핑하고 표 4에 제공된 프로그램을 사용하여 분해하기 위해 시료를 CEM Blade 마이크로웨이브 분해 시스템(CEM Corporation, NC, USA)에 두었습니다. 냉각 후, 탈이온수를 사용하여 최대 50mL의 용액을 제조하였습니다. Vortex 믹서를 사용하여 시료를 완전히 혼합한 후 3000rpm에서 10분간 원심분리했습니다.

**애질런트 단일 원소 표준물질도 이용 가능합니다.*

표 4. 마이크로웨이브 분석법 파라미터.

파라미터	설정
온도(°C)	115
압력(psi)	700
승온(분)	5
유지 시간(분)	10

규범적 자동 희석

ADS 2 자동 희석 시스템을 사용하면 시료에 규정된 희석을 추가로 수행할 수 있습니다. 분석자가 ICP Expert 소프트웨어에서 희석률을 지정하면 ADS 2는 워크시트 실행의 일부로 자동 희석을 수행합니다. 규범적 자동 희석은 전통적으로 측정 전에 일부 또는 모든 시료를 수동으로 희석하는 실험실에 유용한 도구입니다. 이 사전 희석은 일반적으로 초기 전처리 후 추가적인 희석 단계가 필요한 시료, 범위를 벗어난 원소가 있는 시료(특히 붕소와 같은 헹구기 어려운 원소) 또는 메트릭스가 지나치게 높은 시료에 대해 수행됩니다. 규범적 자동 희석은 초기 및 지속적 검량 검증(ICV, CCV)과 같은 품질 관리(QC) 용액과 미리 제조된 원액에서 알려진 희석률의 낮은 수준(LL) QC 용액을 준비하는 데에도 사용할 수 있습니다. QC 용액 준비를 자동화하면 또 다른 잠재적인 오류 원인을 제거하고 사용자가 용액이 올바르게 전처리 되었다는 확신을 가지고 데이터 분석을 수행할 수 있습니다. 이 연구에서는 ADS 2를 사용하여 QC 용액을 준비했습니다.

반응성 자동 희석 및 결과 요약

ADS 2 시스템은 QC 파라미터를 초과하는 모든 시료의 자동 희석을 수행합니다. 시료가 사용자에 의해 정의된 농도 한계를 초과하는 경우, ICP Expert 소프트웨어는 범위를 초과한 분석물질을 검량 범위 내로 가져오는 데 필요한 적절한 희석률을 계산합니다. 그런 다음 자동 희석 후 관련 시료를 재분석합니다.

ADS 2 사용자는 반응성 자동 희석을 트리거하는 결과를 높은 수준으로 제어할 수 있습니다. 사용자는 파장별로 분석법에 대한 반응성 자동 희석을 쉽게 켜거나 끌 수 있으며 이러한 설정을 워크시트의 모든 시료에 적용할 수 있습니다. 워크시트 내에서 또는 시료별로 다양한 시료 배치에 대해 자동 희석을 트리거해야 하는 파장을 정확하게 정의하는 것도 가능합니다. 이 옵션을 사용하면 모든 시료의 모든 분석물질에 대해 범위 내 결과를 얻을 필요가 없는 상황에서 상당한 시간을 절약할 수 있습니다.

또한 사용자는 검량 범위 초과가 발생할 때 소프트웨어에 의해 생성되는 희석률을 어느 정도 제어할 수 있습니다. ICP Expert 소프트웨어를 사용하면 범위 초과 농도를 분석물질 검량 범위의 중간 또는 최저 수준으로 낮추기 위한 반응성 희석을 선택할 수 있습니다. 이 옵션을 사용하면 검량이 선형인 것으로 알려진 지점에서 희석 농도를 측정하여 가장 정확한 결과를 제공하는 희석을 수행할 수 있습니다.

다중 희석의 재분석을 통해 시료에 대해 여러 결과 세트가 얻어지면 ICP Expert 소프트웨어는 사용자에게 단일 '요약' 결과를 제공할 수 있습니다. 요약 결과는 (사용자가 정의한 QC 파라미터에 따라) 각 희석에서 허용되는 분석물질 결과로만 구성됩니다. 희석 또는 결과 요약을 생성하는 데 분석자의 개입이 필요하지 않으므로 노동력이 크게 절약되고 시료 결과 승인률이 향상됩니다.

결과 및 토의

기기 및 분석법 검출 한계

기기 검출 한계(IDL)는 표 1에 제공된 5800 VDV ICP-OES 작동 조건을 사용하여 측정되었습니다. IDL이 측정되면 10% HNO_3 (검량 용액에 사용된 것과 동일한 매트릭스)에서 IDL의 300-500배 농도로 스파이크된 용액을 준비했습니다. 그런 다음 측정을 위해 이 용액을 ADS 2 자동 희석 시스템을 사용하여 IDL의 3-5배로 희석했습니다. 분석법 검출 한계(MDL)를 측정하기 위해 용액을 3일에 걸쳐 10회 분석했습니다. MDL은 스파이크 측정의 3시그마로 계산되었습니다(표 5).

표 5. 50mL당 0.75g의 시료를 기준으로 한 용액 및 시료의 MDL입니다.

원소	파장 (nm)	용액의 MDL (mg/L)	시료의 MDL (mg/kg)	원소	파장 (nm)	용액의 MDL (mg/L)	시료의 MDL (mg/kg)
Ag	328.068	0.0004	0.0225	Mn	257.610	0.0001	0.0072
Al	237.312	0.0214	1.37	Mo	204.598	0.0011	0.0692
As	188.980	0.0039	0.252	Na	589.592	0.0071	0.454
B	249.678	0.0003	0.0158	Ni	231.604	0.0005	0.034
Ba	233.527	0.0002	0.0117	P	213.618	0.0004	0.0264
Be	313.107	2E-05	0.0013	Pb	220.353	0.0028	0.175
Ca	317.933	0.0036	0.231	Sb	217.582	0.0063	0.399
Cd	214.439	0.0001	0.0068	Se	196.026	0.0038	0.244
Ce	418.659	0.001	0.0653	Si	251.611	0.0013	0.0817
Co	230.786	0.0006	0.0348	Sn	189.925	0.0038	0.239
Cr	205.56	0.0003	0.0181	Sr	421.552	0.0001	0.0044
Cu	327.395	0.0004	0.0239	Ti	334.941	0.0001	0.0053
Fe	238.204	0.0008	0.0487	Tl	190.794	0.0046	0.29
Hg	184.887	0.001	0.0644	V	292.401	0.0008	0.0527
K	766.491	0.0903	5.75	Zn	206.2	0.0005	0.0331
Li	670.783	0.0012	0.0779	Zr	327.307	0.0002	0.0127
Mg	285.213	0.0005	0.0295				

자동 검량 및 직선성

그림 2는 주요(Al) 및 미량(As) 원소에 대한 대표적인 검량선을 나타냅니다. 모든 검량은 최소 상관 계수 ≥ 0.9998로 유지되었습니다. 모든 원소에 대한 각 검량은 ADS 2에서 단일 원액 표준물질을 100배, 10배 및 1배 희석률로 자동 희석하여 생성되었습니다. 블랭크를 포함하면 넓은 농도 범위에 걸쳐 각 원소에 대한 4포인트 검량이 제공됩니다.

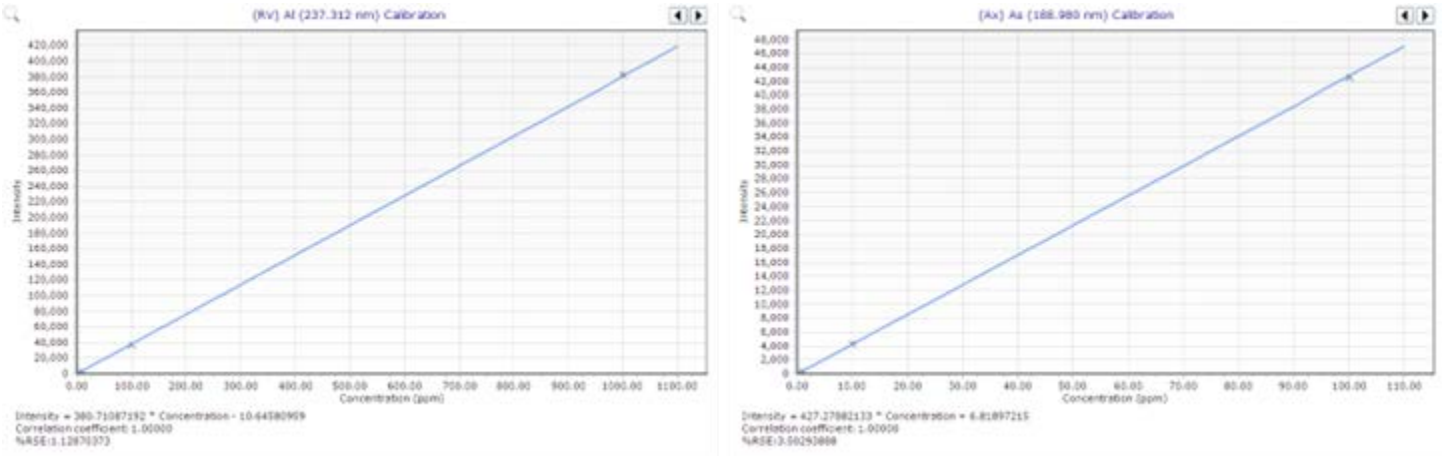

그림 2. 블랭크, 1, 10 및 100ppm 표준물질을 포함하는 Al 및 As에 대한 대표적 검량선입니다. 검량점은 Agilent ADS 2 자동 희석 시스템을 사용하여 단일 원소 원액 표준물질을 희석하여 생성되었습니다.

SRM 및 매트릭스 스파이크(MS) 회수율 테스트

표 6은 ADS 2가 장착된 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 세 가지 토양 SRM을 분석한 결과를 간략하게 설명합니다. 모든 원소는 EPA 3051A HNO_3 마이크로웨이브 추출 절차에 따라 예상 범위 내에서 측정되었습니다. 토양에는 일반적으로 광범위한 농도 범위의 원소가 포함되어 있으며 Al, Ca, Fe, K, Mg 및 Na와 같은 금속이 높은 수준으로 존재합니다.

따라서 모든 분석물질에 대해 범위 내 결과를 보고할 수 있도록 하려면 SRM의 시료 희석이 필요했습니다. 이러한 희석은 ADS 2의 반응성 희석 기능을 사용하여 자동으로 수행되었으며 ICP Expert 소프트웨어가 각 시료에 대한 결과를 수집하고 단일화하여 요약했습니다.

표 6. ADS 2가 장착된 Agilent 5800 VDV ICP-OES를 사용하여 측정한 세 가지 토양 SRM에 대한 결과입니다. 모든 단위: mg/kg.

원소	사용된 희석	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		하한	상한	측정	하한	상한	측정	하한	상한	측정
Al	10	13000	17000	16262	8200	12000	9441	9800	15000	14075
Ca	10	12000	14000	13748	1700	2000	1855	14000	17000	16028
Fe	10	22000	26000	25923	30000	36000	34262	14000	18000	15464
K	10	2600	4000	3023	3800	4700	4189	3300	4600	4174
Mg	10	9700	11000	10932	3200	3600	3427	5000	6600	6292
Na	10	460	610	527	550	650	582	140	210	145
Ag	1	0.14	4.1	0.6	31	39	3.8	4	6.1	5.5
As	1	6.4	10.0	10.0	1300	1600	1577	81	110	102
B	1			30.0			3.5			7.2
Ba	1	350	400	384	490	540	515	170	220	185
Be	1	0.5	0.72	0.7	0.24	0.51	0.5	0.73	1.10	1.05
Cd	1	0.33	0.66	0.33	9.6	12	12.0	43	56	53
Ce	1			30.1			23.1			42.1
Co	1	8.2	13	10.2	2.8	5.2	3.0	5.5	9	7.0
Cr	1	46	67	55.7	9.2	11	9.2	12	18	13.8
Cu	1	24	28	28	3100	3500	3242	120	160	130
Hg	1	0.79	0.92	0.8	9.3	12	9.9	6.3	8.3	7.7
Li	1			28.2			9.3			11.3
Mn	1	380	450	450	1500	1800	1578	450	580	504
Mo	1			1.1			7.5			1.1
Ni	1	59	71	70.5	4.8	6	5.1	13	18	15.0
P	1			567			915			715
Pb	1	8.1	11	10.0	4700	5800	5259	1100	1400	1294
Sb	1	1.2	1.5	1.2	5	12	6.2	2.8	7.2	3.1
Se	1	0.69	1.9	0.8	1.5	2.6	2.1	1.4	1.9	1.8
Sn	1			0.8			7.6			2.6
Sr	1			98.8			53.9			36.7
Ti	1			147			622			174
Tl	1	0.74	1.6	0.8	1.3	3.6	3.2	0.71	3.1	2.8
V	1	43	71	53.5	35	43	36.2	24	34	27.5
Zn	1	69	87	84.9	3300	4400	3882	310	380	361
Zr	1			5.6			8.1			8.1

표 6에 주어진 결과는 용액 내 Ag, Sb 및 Hg와 같은 미량 원소의 안정성을 보장하기 위해 종종 시료에 첨가되는 HCl을 첨가하지 않고 얻은 것입니다. SRM 중 2개에서는 Ag의 경우 예상 범위 내에서, SRM 3개 모두에서는 Sb 및 Hg의 경우 예상 범위 내에서 회수율이 얻어졌습니다. HCl을 첨가하지 않은 조건에서의 모든 미량 원소 측정의 정확성을 확인하기 위해 0.4mL의 스파이크 용액을 10mL의 각 SRM 분해액에 첨가하여 표 7의 '스파이크 농도' 열에 표시된 추가 스파이크가 이루어졌습니다. Ag, Sb 및 Hg를 포함한 모든 원소에 대한 스파이크 회수율 결과는 EPA 6010D에 지정된 ±25% 허용 기준 내에 있었습니다. 스파이크된 시료의 측정값과 예상값은 용액 내 mg/L 단위로 표시됩니다.

표 7. 토양 SRM 분해물에 첨가된 미량 원소에 대한 스파이크 회수율 결과입니다. 모든 단위: mg/L.

원소	스파이크 농도	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		측정	예상	회수율(%)	측정	예상	회수율(%)	측정	예상	회수율(%)
Ag	0.96	1.04	0.97	107	1.05	1.02	103	1.11	1.04	107
As	0.96	1.09	1.11	99	23.58	23.76	81	2.45	2.43	102
B	0.10	0.53	0.53	103	0.14	0.15	98	0.21	0.20	106
Be	0.10	0.11	0.11	102	0.10	0.10	99	0.11	0.11	103
Cd	0.10	0.10	0.10	98	0.27	0.27	98	0.87	0.86	116
Ce	0.96	1.39	1.39	99	1.27	1.29	98	1.57	1.57	100
Co	0.10	0.23	0.24	92	0.13	0.14	93	0.19	0.20	97
Cr	0.96	1.76	1.76	100	1.08	1.09	98	1.18	1.16	102
Cu	0.96	1.33	1.36	97	47.69	47.85	84	2.85	2.83	101
Hg	0.10	0.11	0.11	103	0.23	0.24	96	0.21	0.21	106
Li	0.96	1.37	1.37	100	1.07	1.10	97	1.15	1.13	102
Mo	0.10	0.11	0.11	102	0.20	0.20	100	0.12	0.11	104
Ni	0.10	1.10	1.11	93	0.17	0.17	96	0.31	0.31	101
P	0.96	9.06	9.13	93	14.10	14.20	90	11.39	11.30	110
Sb	0.10	0.11	0.11	97	0.20	0.19	109	0.14	0.14	101
Se	0.10	0.11	0.11	98	0.11	0.13	84	0.14	0.12	118
Sn	0.10	0.11	0.11	99	0.20	0.21	96	0.14	0.13	102
Ti	0.96	3.19	3.09	111	10.07	9.96	111	3.59	3.47	112
Tl	0.10	0.10	0.11	96	0.14	0.14	94	0.13	0.14	89
V	0.96	1.76	1.73	103	1.49	1.48	101	1.41	1.36	106
Zr	0.10	0.17	0.18	96	0.21	0.21	93	0.21	0.21	99
Sr	0.10	1.52	1.52	99	0.87	0.88	96	0.64	0.63	118

장기적 안정성

그림 3은 QC 용액을 준비하기 위해 ADS 2를 사용하여 얻을 수 있는 희석 정확도를 보여줍니다. 5800 VDV ICP-OES의 안정성과 시간 경과에 따른 ADS 2에 의한 반복적인 자동 희석의 일관성을 확인하기 위해 258개 용액을 7시간에 걸쳐 분석했습니다. 용액은 분해된 토양 시료와 ADS 2 자동 희석 시스템을 사용하여 각 측정 원액을 10배 희석하여 얻은 CCV 용액으로 구성되었습니다. 매 10개 시료마다 CCV를 측정했습니다. 장기간 실행에 걸친 5800 ICP-OES의 안정성과 ADS 2의 희석 일관성을 보여주기 위해 CCV 용액의 회수율을 시간에 따라 그래프로 나타냈습니다. CCV에 대한 모든 결과는 예상값의 ±10% 이내였으며, RSD는 모든 요소에 대해 <2%였습니다.

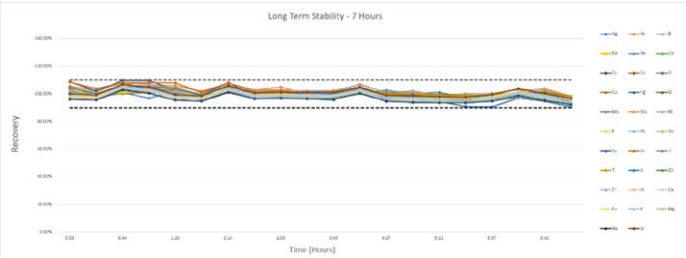

그림 3. 7시간에 걸쳐 분석한 CCV 용액의 회수율을 보여주는 장기적 안정성 테스트입니다. 점선은 ±10% 제어 한계를 나타냅니다.

시료 처리량

표 8은 ADS 2를 사용하여 여러 희석률에서 이 방법으로 얻은 시료 간 분석시간을 보여줍니다. 각 희석률에서 시료를 10회 중복 측정하여 시료 간 시간의 평균을 구하는 식으로 시간을 측정했습니다. 모든 시간에는 표 1에 설명된 대로 총 측정 시간 60초가 포함됩니다.

표 8. 다양한 희석률에서 ADS 2를 사용하여 얻은 시료 간 시간입니다.

희석률(Dilution Factor)	총 시료 측정 시간
1(희석되지 않음)	1분 30초
10	1분 56초
100	1분 58초
200	2분 1초

이 연구에서 얻은 희석되지 않은 시료 간 시간은 US EPA Method 6010D에 따라 AVS 7 장착 5800 ICP-OES를 사용한 폐기물 시료 분석에 대한 이전 연구에서 얻은 시간에서 2초만 추가되었습니다.[4] 이전 연구에서는 자동 희석 시스템이 사용되지 않았습니다. 이러한 시간은 시료 희석이 필요하지 않을 때 ADS 2가 시료 처리량에 미치는 영향이 거의 없음을 강조합니다.

결론

Agilent 5800 VDV ICP-OES는 US EPA 6010D 분석법의 요구 사항을 준수하면서 뛰어난 결과 정확도와 높은 시료 처리량을 달성하려는 실험실에 이상적인 기기입니다. Agilent ADS 2 자동 희석 시스템을 5800 ICP-OES 및 AVS 7 스위칭 밸브와 통합하면 특히 토양과 같은 복잡한 시료 분석에서 워크플로 효율성이 향상됩니다. 환경 시료 분석을 위한 Agilent ICP-OES 워크플로 자동화 시스템의 이점은 다음과 같습니다.

- 단일 초기 원액에서 다단계 검량을 실시간 수행하는 자동 검량입니다. ADS 2를 사용하면 최대 400배의 희석이 가능하므로 넓은 농도 범위에서 자동 검량이 가능합니다. 또한 이 시스템은 장기간에 걸쳐 탁월한 수준으로 반복적으로 희석을 수행하여 일관된 일상적 검량을 보장합니다.
- 분석자가 시료 사전 측정에 대한 희석률을 지정하고 ADS 2가 워크시트 실행의 일부로 해당 희석을 자동으로 수행할 수 있게 하는 규범적 자동 희석입니다. 많은 실험실에서 수행되는 전통적인 수동 희석과 비교하여, 규범적 자동 희석을 사용하면 상당한 시간을 절약할 수 있고, 작업자 실수로 인한 위험을 줄이며, 오염 위험을 낮출 수 있습니다.
- 반응성 자동 희석의 경우, 분석물질 또는 내부 표준물질 결과가 사용자가 정의한 허용 범위를 벗어나는 경우 ADS 2가 자동으로 시료를 희석합니다. 이 지능형 자동 희석 기능은 실행 종료 시 시료를 재분석할 필요성을 크게 줄여 처리 시간을 단축하고 전반적인 시료당 비용을 절감합니다.
- Agilent ICP Expert 소프트웨어의 결과 요약 기능은 여러 시료 희석에서 얻은 결과를 해석하기 쉬운 단일 행 형태로 분석 페이지에 자동으로 요약하므로 시간을 더 절약할 수 있습니다.

ADS 2가 장착된 5800 ICP-OES는 시료 내 대부분의 원소에 대해 1mg/kg 미만의 MDL을 제공하여 토양의 다원소 분석에서 이 분석법의 감도를 강조합니다. 예상 범위 내에서 토양 SRM의 원소 회수율은 시료 전처리 방법의 적합성을 재확인시켰습니다. 토양에 스파이크된 미량 분석물 SRM은 ±20% 이내로 회수되어 분석법의 정확성을 입증했습니다. 5800 VDV ICP-OES는 7시간 동안 탁월한 안정성을 나타냈으며 QC 측정 회수율은 ±10%, 평균 %RSD는 2% 미만이었습니다.

참고 문헌

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – 기술 개요, 애질런트 발행물, 5994-7211EN
2. EPA Method 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, Revision 5, July 2018, accessed January 2024, https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry
3. EPA Method 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, Revision 1, February 2007, accessed January 2024, https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/3051a.pdf
4. Riles, P., Analysis of Waste Samples According to US EPA Method 6010D, 애질런트 발행물, 5994-2027EN

참고: ICP-OES를 사용한 폐기물 시료 분석을 위한 소모품 가이드를 이용할 수 있습니다.

애질런트 부품 번호

설명	부품 번호
Easy-fit 1.8 mm semi-demountable torch for 5000 series VDV/SVDV ICP-OES	G8010-60228
Double-pass spray chamber, glass cyclonic design with ball joint socket and UniFit drain outlet, for Agilent 5000 series ICP-OES	G8010-60256
SeaSpray concentric glass nebulizer for 5000 series ICP-OES	G8010-60255
Peristaltic pump tubing, white/white, 12/pk	3710034400
Peristaltic pump tubing, black/black, 12/pk	3710027200
Peristaltic pump tubing, blue/blue, 12/pk.	3710034600
Agilent Multi-element Quality Control Standard 27	5190-9418
Syringe, 5 mL, ADS diluter (for ICP-OES and ICP-MS carrier)	5299-0037
Syringe, 10 mL, ADS diluter (for ICP-OES diluent)	5299-0038
Sample loop ADS/AVS 1.50 mL 1.00 mm ID 1/pk	5005-0425
Diluent/carrier bottle kit for ADS 2 and Autosampler (6 L HDPE)	5005-0435
Aluminum (Al) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8353
Antimony (Sb) standard, 10,000 µg/mL, in 1% HNO_3, 1% tartaric acid, 500 mL	5190-8355
Arsenic (As) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8357
Barium (Ba) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8359
Beryllium (Be) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8361
Boron (B) standard, 10,000 µg/mL, in 1% NH_4OH, 500 mL	5190-8365
Cadmium (Cd) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8367
Calcium (Ca) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8369
Cerium (Ce) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8371
Chromium (Cr) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8375
Cobalt (Co) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8377
Copper (Cu) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8379
Lead (Pb) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8407
Lithium (Li) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8409
Magnesium (Mg) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8413
Manganese (Mn) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8415
Mercury (Hg) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8417
Nickel (Ni) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8423
Phosphorus (P) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8429
Potassium (K) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8433
Selenium (Se) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8449
Silver (Ag) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8453
Sodium (Na) standard, for ICP-OES and MP-AES, 10,000 µg/mL 500 mL	5190-8206
Strontium (Sr) standard, for ICP-OES and MP-AES, 10,000 µg/mL 500 mL	5190-8208
Titanium (Ti) standard, 10,000 µg/mL, in H_2O, 500 mL	5190-8225
Vanadium (V) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8229
Zinc (Zn) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 500 mL	5190-8235
Iron (Fe) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 100 mL	5190-8402
Molybdenum (Mo) standard, 10,000 µg/mL, in 1% NH_4OH, 100 mL	5190-8418
Thallium (Tl) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 100 mL	5190-8217
Tin (Sn) standard, 10,000 µg/mL, in 20% HCl, 100 mL	5190-8221
Zirconium (Zr) standard, 10,000 µg/mL, in 5% HNO_3, 100 mL	5190-8236

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

DE36347297

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024

2024년 3월 19일, 한국에서 발행
5994-7203KO

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

Agilent
Trusted Answers