

## 고성능 시료 도입 도구를 사용한 토양 및 퇴적물의 ICP-MS 분석

애질런트 Mira Mist 네블라이저 및 인라인 입자 필터를 이용한 간소화된 시료 전처리



### 저자

Tetsuo Kubota  
Agilent Technologies, Inc.

### 소개

ICP-MS는 토양 및 퇴적물 내 무기 원소 모니터링에 널리 사용되며, US EPA 6020B와 같은 확립된 분석법은 환경 시료의 정확한 다원소 분석을 위한 검증된 프레임워크를 제공합니다.<sup>1</sup> 별도의 연구에서 우리는 Agilent 9500 Triple Quadrupole ICP-MS(ICP-QQQ)가 EPA 6020B 요구 사항을 준수하면서 뛰어난 성능을 제공함을 입증했습니다.<sup>2</sup> 플라즈마 안정성과 견고성을 향상시키기 위한 Ultra High Matrix Introduction(UHMI) 시스템을 포함한 이 기기는 기존 셀 가스 접근 방식과 비교하여 더 낮은 검출 한계(LOD)를 달성하기 위해 고성능 헬륨 모드(AHM) 및 에어 셀 모드를 사용했습니다.<sup>3,4</sup>

충돌/반응 셀(CRC)의 두 가지 작동 모드가 애질런트 듀얼 셀 시스템(DCS)에 의해 구현되었습니다. DCS는 AHM 및 에어 셀 모드에서 작동 시 다음과 같은 성능 이점을 제공하는 고유한 CRC입니다.

- AHM
  - 이 혁신적인 He 기반 가스 충돌 셀 모드는 전체 질량 범위에서 강력한 간섭 제거 성능을 제공하는 동시에 낮은 원자량 분석물질에 대한 감도를 크게 향상시킵니다.
  - 이 단일 가스 모드는 여러 모드의 사용 필요성을 없애며, No Gas, 일반 He 및 고에너지(HE) He 모드를 대체합니다.
- 에어 셀 모드
  - 9500 ICP-QQQ용 통합 에어 필터와 공기 중 산소(O<sub>2</sub>)를 사용하는 에어 셀 모드는 O<sub>2</sub>와 분석물질 간의 반응을 활용하여 산소 반응성 화학종의 검출 한계(DL)를 향상시킵니다.
  - 에어 셀 모드는 He 기반 가스 분석법으로 해결하기 어려운 M<sup>++</sup>를 포함한 간섭을 효과적으로 제거합니다.<sup>5</sup>
  - 공기 중 무제한으로 존재하는 O<sub>2</sub>를 사용하는 에어 셀 모드는 O<sub>2</sub> 가스 실린더를 사용할 필요성을 없애 운영 비용을 절감하고 워크플로를 간소화합니다.

환경 실험실에서는 일반적으로 원래 시료로부터 준비된 산 분해 용액을 사용하여 토양을 분석합니다. 토양의 주요 성분은 이산화규소(SiO<sub>2</sub>)이며 완전한 분해에는 일반적으로 불산(HF)이 필요하지만, 환경 실험실에서는 안전상의 이유로 해당 산의 사용을 피하는 경우가 많습니다. 그러나, 질산(HNO<sub>3</sub>)과 염산(HCl)만 사용하여 분해를 수행할 경우 입자성 잔류물이 남을 수 있습니다. 이러한 입자는 ICP-MS 시료 도입 시스템의 구성 요소, 특히 네블라이저와 디스크리트 샘플링 시스템을 막히게 할 수 있으므로 분해된 시료를 여과시켜야 합니다.

입자 및 염 침전에 취약한 고매트릭스 시료로 인해 발생하는 문제를 해결하기 위해 ICP-MS에 선택형 고성능 시료 도입 구성 요소가 개발되었습니다. 이러한 구성 요소에는 시료 유로에 직접 설치할 수 있는 인라인 필터와 막힘을 최소화할 수 있게 설계된 네블라이저가 포함됩니다. 이러한 액세스리를 사용하면 실험실에서 시료 여과 단계를 줄이거나 없앨 수 있어 워크플로 효율성을 높이고 막힘으로 인한 가동 중단을 방지할 수 있습니다.

120마이크론 필터를 포함하는 인라인 입자 필터는 자동 시료 도입기 프로브와 시료 도입 시스템 사이의 시료 도입 튜빙에 쉽게 설치할 수 있습니다. 약 8cm 길이의 이 필터는 시료 라인 부피, 시료 주입량 또는 안정화 시간을 눈에 띄게 증가시키지 않습니다.

모든 ICP-MS 네블라이저 중에서 Agilent Mira Mist 네블라이저는 고농도 산 및 유기 용매에 대해 가장 뛰어난 내성을 제공합니다. 병렬 경로 설계는 높은 수준의 입자 및 총 용존 고형물(TDS)에 대한 우수한 내성을 보장하여 뛰어난 막힘 저항성을 제공합니다.

본 연구에서는 인라인 입자 필터와 Mira Mist 네블라이저가 장착된 9500 ICP-QQQ를 사용하여 5종의 환경 인증 표준물질(CRM)과 실제 퇴적물 시료에서 미량 원소 및 주요 원소를 정량했습니다. EPA Method 6020B에 명시된 기준에 따라 분석법의 효과성을 평가했습니다.

## 실험

### 기기

모든 측정은 니켈(Ni) 인터페이스 콘과 새롭게 설계된 DCS 셀을 포함하는 표준 구성품을 갖춘 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 수행했습니다. 9500과 DCS의 설계 특징 및 기능은 다른 문헌에 설명되어 있습니다.<sup>3,4</sup> 또한 9500에는 생산성 향상을 위해 선택 사양인 애질런트 고성능 밸브 시스템(AVS MS) 디스크리트 샘플링 시스템이 장착되었습니다. AVS MS 시스템의 고속 피스톤 펌프는 Agilent SPS 4 및 SPS 6 자동 시료 주입기와 원활하게 연동되어 시료를 공급하며, 대부분의 환경 테스트 실험실의 운영 요구를 충족하는 데 필요한 높은 시료 처리량을 보장합니다.

시료 전처리를 간소화하기 위해 9500에는 인라인 입자 필터(그림 1)와 Mira Mist 네블라이저(그림 2)가 장착되었습니다. 인라인 입자 필터는 120µm보다 큰 입자를 제거하며, Mira Mist 네블라이저는 표준 MicroMist 네블라이저보다 내경이 더 큼니다. 이러한 고급 도구를 통해 작업자는 분석 전에 시료를 여과해야 하는 부담에서 벗어날 수 있습니다.

분석법 파라미터(권장 원소 목록, 선호 동위원소, 적분 시간, 내부 표준 등)는 Agilent OpenLab ICP-MS 소프트웨어의 "EPA 6020B" 사전 설정 분석법에서 불러와 분석자가 새로운 배치 분석법을 신속하게 생성할 수 있도록 했습니다.

Mira Mist 네블라이저 사용 시 신호 안정성을 최적화하기 위해 네블라이저 펌프 속도를 조정하고 보조 가스를 도입했습니다(표 1). 9500 ICP-QQ에서는 보조 가스와 희석 가스를 모두 주입할 수 있어, 플라즈마 가스 유량을 더욱 정밀하게 제어함으로써 목표 감도 구간 내에서 신호 %RSD를 최적화할 수 있습니다. 렌즈 파라미터는 소프트웨어의 Autotune 기능을 사용하여 자동으로 설정했습니다. 인라인 필터의 내부 부피는 매우 작아서 이로 인해 AVS MS 시료 도입 시간이나 분석법 파라미터에 영향을 미치지 않습니다. 그 결과, 필터를 설치했을 때와 설치하지 않았을 때 모두 동일한 설정이 사용되었습니다(표 2).



그림 1. 인라인 입자 필터.



그림 2. Mira Mist 네블라이저.

표 1. Agilent 9500 ICP-QQ 작동 파라미터.

	고성능 헬륨 모드 (AHM)	에어 셀 모드
RF 전력(W)	1600	
샘플링 깊이(mm)	12	
네블라이저 가스(L/분)	0.93	
네블라이저 펌프(rpm)	7.0	
보조 가스(L/분)	0.10	
희석 가스(L/분)	0.13	
Extract 1(V)	-3.8	
Extract 2(V)	-250	
오메가 바이어스	-200	
오메가 렌즈	-5.0	
셀 가스 유속(mL/분)	14	0.4
전방 에너지 판별(V)	10	-1

음영 처리된 파라미터는 EPA 6020 사전 설정 분석법을 선택하거나 오토튠 이후 자동으로 정의되었습니다.

표 2. Agilent AVS MS 작동 파라미터.

	시간(초)	속도(%)
시료 로드	11	50
안정화	18	5
프로브 린스	15	5
린스 1	6	80
린스 2	35	5
루프 프로브 세척 옵션	10	50
루프 세척 옵션	1	50
시료 소모량 줄이기 옵션	3	-
시료 간 분석 시간	122	-

### 화학물질 및 시약

일본 Kanto Chemical Co. Inc.의 고순도(EL 등급) 2% HNO<sub>3</sub> 및 1% HCl 용액을 블랭크, 희석액 및 린스액으로 사용했습니다. 대부분의 원소에 대해 검량 표준물질, 스파이크 및 연속 검량 검증(CCV) 용액은 애질런트 다원소 환경 검량 표준물질로부터 준비했습니다. 초기 검량 검증(ICV) 용액은 애질런트 혼합 다원소 ICV 표준물질로부터 준비했습니다. Li, Al, Mn, Zn, Sr 및 Hg용 검량 표준물질은 1000mg/L 단일 원소 스톡 용액(Kanto Chemical Co., Inc.)을 사용하여 준비했습니다. Sc, Ge, Rh, In, Tb 및 Lu로 구성된 혼합 내부 표준(ISTD) 용액은 1000mg/L 단일 원소 스톡 용액(Kanto Chemical Co., Inc.)으로부터 준비했습니다.

### 표준물질 및 시료 전처리

모든 표준물질과 시료는 2% HNO<sub>3</sub> 및 1% HCl의 산 매트릭스에서 준비했습니다. 안티모니(Sb)와 수은(Hg) 같은 원소의 안정성을 보장하기 위해 ICP-MS 분석용 시료에는 일반적으로 HCl을 첨가합니다. AHM에서 작동하는 Agilent 9500 ICP-QQQ는 추가된 염화물 매트릭스로부터 생성될 수 있는 모든 CI 기반 간섭을 제거합니다.

검량 블랭크를 포함한 6점 검량은 그림 3에 제시된 농도 범위에서 준비했습니다. "무기 원소"라는 용어는 Na, Mg, Al, K, Ca, Mn, Fe 및 Zn을 의미합니다.

분석 중 품질 관리(QC)를 위해 ICV 및 CCV 표준물질을 사용했습니다.

CRM에는 수중 미량 원소(NIST 1643f), 하천 퇴적물 A, 하천 퇴적물 B, 토양 A 및 토양 B(고순도 표준물질)가 포함되었습니다. 모든 CRM은 사전 분해된 용액 형태로 제공되었습니다. NIST 1643f는 희석 없이 도입했으며, 다른 CRM은 2% HNO<sub>3</sub> 및 1% HCl 산 매트릭스를 사용하여 10배 희석했습니다. 1mg/L Sc, Ge, Rh, In, Tb 및 Lu를 포함하는 ISTD 용액은 AVS MS 밸브의 전용 7번째 포트를 통해 온라인 방식으로 자동 추가되었습니다. ISTD 용액의 유량은 더 작은 내경의 펌프 튜빙을 사용하여 시료 유량의 약 1/15로 설정했습니다. 분석 시퀀스를 그림 3에 나타내었습니다.

하구 퇴적물 시료는 그림 4에 설명된 분석법에 따라 Mars 6 마이크로웨이브 분해 시스템(CEM Corporation, Japan)을 사용하여 분해했습니다. 먼저, 약 0.25g의 시료를 9mL HNO<sub>3</sub> 및 3mL HCl에서 분해했습니다. 온도는 25분에 걸쳐 180°C까지 상승시킨 후 5분간 유지했습니다. 이어서 침전된 플루오르화물을 용해하기 위해 온도를 25분에 걸쳐 50°C까지 올리고 15분간 유지했습니다.

2단계 분해 후, 초순수(UPW)를 사용하여 용액의 최종 부피를 200mL로 맞췄습니다. 최종 산 농도는 4.5% HNO<sub>3</sub> 및 1.5% HCl였습니다. 최종 분해 용액의 TDS 농도는 약 200mg/L였습니다. 이 절차에서는 HF를 사용하지 않기 때문에 완전 분해가 아닌 추출로 간주됩니다.

시료는 분해 절차 전 또는 후에 스파이크했습니다. 각 스파이크 원소의 최종 농도는 분석에 사용된 50mL 분해 용액에서 50µg/L가 되도록 했습니다. 분석 준비를 위해 시료 튜브를 SPS 4 자동 시료 주입기에 장착했습니다.

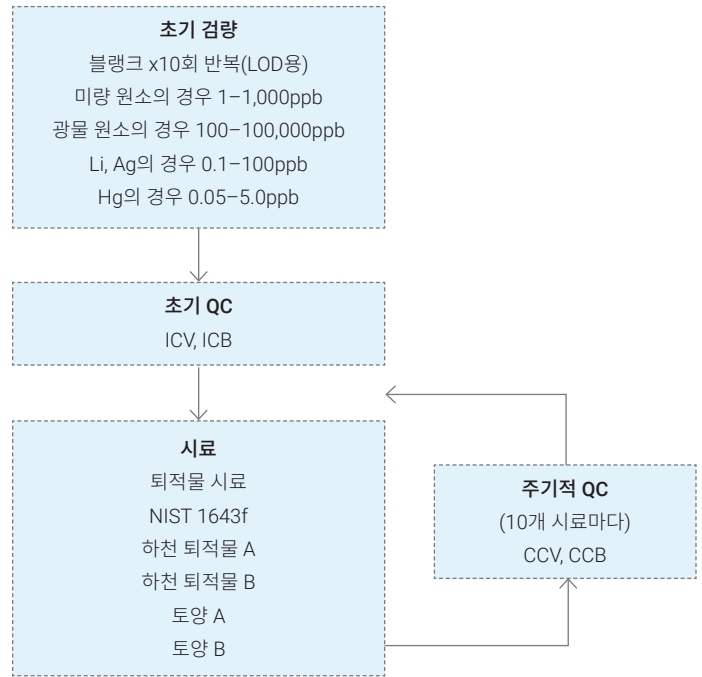


그림 3. 검량용액, QC 용액 및 시료의 분석 순서 시료 블록은 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 반복 분석했으며, 10개 시료마다 주기적 QC 블록이 자동으로 삽입되었습니다.

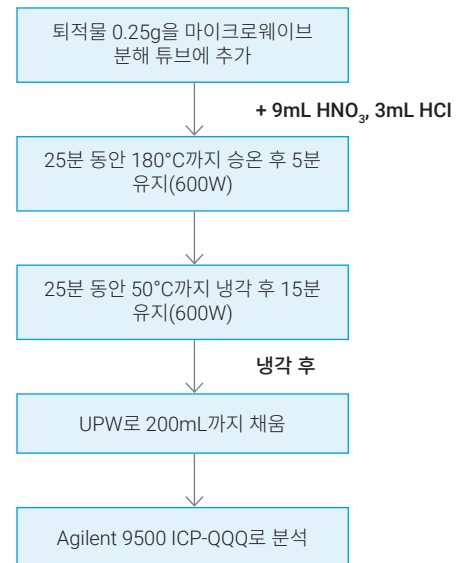


그림 4. 하구 퇴적물 시료 준비에 사용된 마이크로웨이브 분해 분석법.

## 결과 및 토의

### 검출 한계

AHM에서 작동하는 Agilent 9500 ICP-QQQ로 30종의 모든 분석물질을 측정했으며, 선택된 원소(K, Ca, As 및 Se)는 표 1에 나열된 수집 파라미터를 사용하여 에어 셀 모드에서도 측정했습니다. 검출 한계(LOD)는 시약 블랭크 용액을 10회 측정된 표준편차의 3배 값으로 계산했습니다. 표준 Micro Mist 네블라이저는 작은 내경으로 인해 Mira Mist보다 약간 더 우수한 RSD 성능을 제공하지만, Mira Mist 역시 유사한 감도와 대등한 LOD를 제공합니다.<sup>2</sup>

표 3에 나타난 바와 같이, 극미량 분석물질의 LOD는 대부분 낮은 ng/L(ppt) 수준이었으며, 이는 복잡한 환경 시료 내 분석물질의 극미량 분석에서 Agilent 9500 ICP-QQQ의 감도가 높다는 것을 확인시켜줍니다.

표 3. Agilent 9500 ICP-QQQ 작동 파라미터.

분석물질	DCS 셀 모드	적분 시간 (초)	LOD (µg/L)
7 Li	AHM	0.3	0.010
9 Be	AHM	0.3	0.002
23 Na	AHM	0.1	0.313
24 Mg	AHM	0.1	0.831
27 Al	AHM	0.3	0.080
39 -> 39 K	Air	0.1	1.02
44 -> 60 Ca	Air	0.1	0.706
51 V	AHM	0.3	0.003
52 Cr	AHM	0.3	0.007
55 Mn	AHM	0.1	0.135
56 Fe	AHM	0.1	0.021
59 Co	AHM	0.3	0.007
60 Ni	AHM	0.3	0.012
63 Cu	AHM	0.3	0.006
66 Zn	AHM	0.1	0.039
75 As	AHM	1	0.002
75 -> 91 As	Air	1	0.003
78 Se	AHM	1	0.010
80 -> 96 Se	Air	1	0.013
88 Sr	AHM	0.3	0.002
95 Mo	AHM	0.3	0.002
107 Ag	AHM	0.3	0.001
111 Cd	AHM	0.3	0.0004
121 Sb	AHM	0.3	0.001
137 Ba	AHM	0.3	0.001
201 Hg	AHM	1	0.002
205 Tl	AHM	0.1	0.0004
Pb*	AHM	0.3 (0.1 x 3)	0.001
232 Th	AHM	0.1	0.0002
238 U	AHM	0.1	0.0002

\*Pb = <sup>206</sup>Pb + <sup>207</sup>Pb + <sup>208</sup>Pb

### 세척 테스트

세척 성능은 메모리 효과를 나타내는 것으로 알려진 원소인 As, Se, Sb 및 Hg에 초점을 맞춰 인라인 필터 구성에서 평가했습니다 (그림 5). As, Se 및 Hg의 경우, 첫 번째, 두 번째 및 세 번째 린스 사이클 전반에서 인라인 필터 유무에 관계없이 동일한 세척 효율을 나타냈습니다.

Sb는 첫 번째 린스에서 약간의 차이를 보였으며, 세척 효율은 필터 사용 시 0.005%, 필터 미사용 시 0.002%였습니다. 100µg/L Sb를 분석하는 경우에도 이는 단 0.005µg/L의 잔류 메모리에 해당하며, 일반적인 토양 측정에 영향을 미칠 수준보다 훨씬 낮습니다.

두 번째 린스에서는 값이 거의 동일한 수준으로 수렴했습니다. 이러한 결과는 인라인 필터의 존재가 토양 응용 분야에서 Sb 및 기타 세척 거동에 유의미한 영향을 미치지 않음을 보여줍니다.

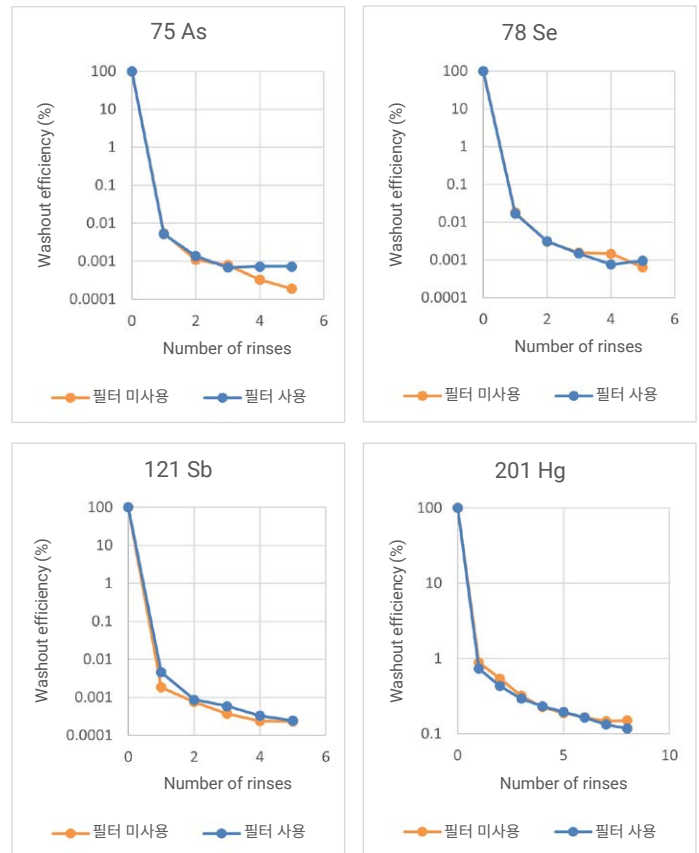


그림 5. 인라인 필터 장착 여부에 따른 Agilent 9500 ICP-QQQ의 세척 효율.

## 장기 안정성

Mira Mist 네뷸라이저와 인라인 필터가 장착된 Agilent 9500 ICP-QQQ의 견고성을 입증하기 위해 약 8시간 동안 180개의 시료와 38개의 QC 시료를 분석했습니다.

그림 6은 전체 8시간 시퀀스 동안 검량 블랭크에 대해 정규화된 원시 ISTD 응답의 회수율(%)을 보여줍니다. 모든 시료는 70% 초과 기준을 충족했으며 질량 의존적 드리프트는 나타나지 않았습니다. 회수율 데이터는 매트릭스 내성이 우수한 Agilent 9500의 견고한 플라즈마가 8시간 동안 매트릭스 침착을 최소화했음을 확인시켜줍니다. 또한 ISTD 플롯을 보면 9500이 다양한 질량 및 이온화 전위를 포함하는 원소들에 대해 ISTD 신호의 일관성을 유지시켜 신호 억제에 탁월한 제어 능력을 발휘한다는 사실이 입증됩니다.

결과는 Mira Mist 네뷸라이저를 장착한 9500 ICP-QQQ의 장기적인 견고성과 높은 매트릭스 내성을 보여줍니다.

## CRM 및 실제 퇴적물 시료의 정확한 분석

5개의 CRM은 시퀀스 동안 각각 9회 분석되었으며, 각 분석물질에 대한 평균 농도 및 회수율을 계산했습니다(표 4 및 5). 수백 mg/L(ppm) 수준의 주요 원소와 10µg/L(ppb) 수준의 미량 원소를 포함한 대부분의 인증 원소는 ±10% 이내의 회수율을 나타냈습니다. 모든 분석물질이 모든 참조물질에서 인증값을 가지고 있는 것은 아니므로 표의 빈 셀은 인증값이 없음을 나타냅니다. 하천 퇴적물 A의 Co와 관련하여, 스파이크 회수율 시험에서 양호한 회수율(100µg/L 스파이크에 대해 94%, 데이터 미제시)을 나타냈으며, 이는 해당 CRM이 오염되었을 가능성을 시사합니다.

토양 A의 매트릭스 스파이크(MS) 결과를 표 5에 나타내었습니다. 회수율은 스파이크 수준 대비 ±10% 이내였으며, 이는 분석법의 정확성을 입증합니다.

실제 퇴적물 시료는 3개의 용기에서 분해되었으며, 시퀀스 동안 각 용기를 9회씩 분석했습니다. 각 분석물질에 대한 평균 농도와 회수율을 계산했습니다. 표 6에 나타난 바와 같이, 모든 스파이크 회수율은 ±10% 이내였습니다.

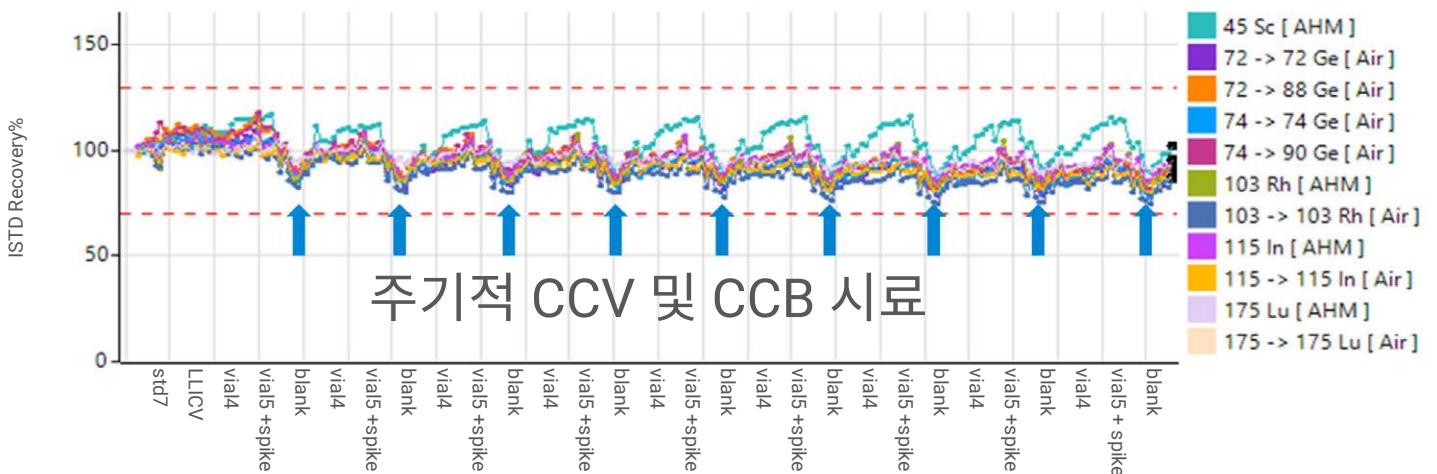


그림 6. Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용한 약 8시간 동안의 180개 시료 분석 중 ISTD 안정성. ISTD 회수율은 모든 시료에 대한 검량 바탕용액으로 정규화됩니다. 공간이 부족하여 일부 시료명은 표시되지 않았습니다.

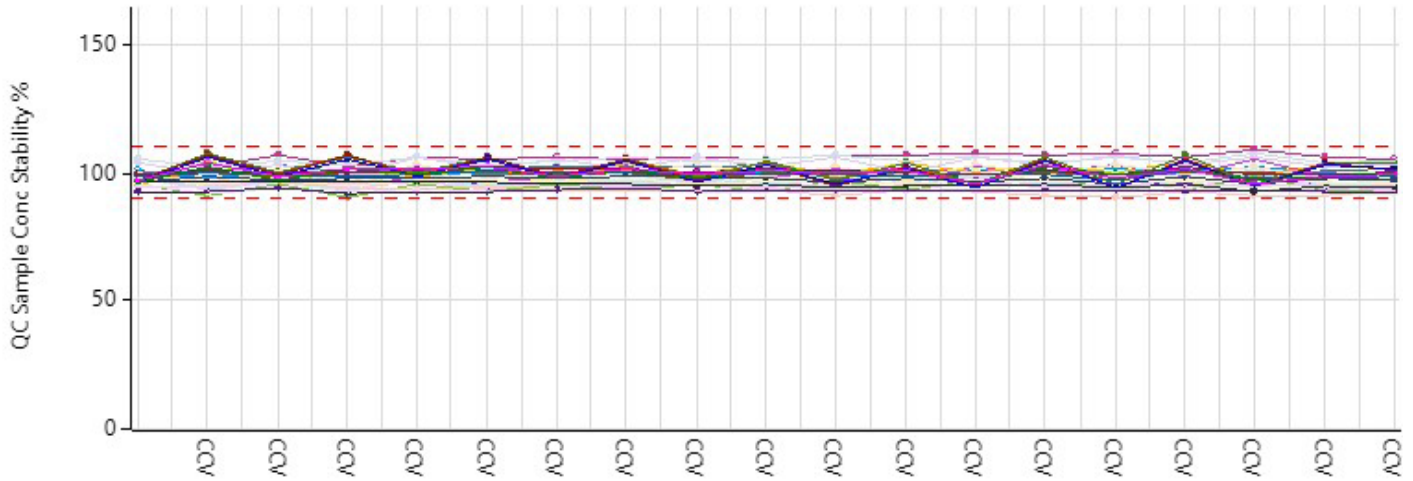


그림 7. Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 측정된 18개의 CCV 안정성.

표 4. CRM의 인증값 회수율, n=9.

분석물질	DCS 셀 모드	NIST 1643f			HPS 하천 퇴적물 A			HPS 하천 퇴적물 B		
		평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)	평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)	평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)
7 Li	AHM	15.0 ± 0.313	16.6	90	0.659 ± 0.288	-	-	0.941 ± 0.343	-	-
9 Be	AHM	12.7 ± 0.251	13.7	93	< LOD	-	-	< LOD	-	-
23 Na	AHM	18700 ± 174	18800	99	49,100 ± 482	50,000	98	52,400 ± 714	50,000	105
24 Mg	AHM	7360 ± 81.3	7450	99	68,700 ± 716	70,000	98	126,000 ± 1,690	120,000	105
27 Al	AHM	134 ± 1.95	134	100	241,000 ± 2,750	250,000	96	613,000 ± 11,400	600,000	102
39 -> 39 K	Air	1950 ± 22.7	1930	101	147,000 ± 3,450	150,000	98	205,000 ± 2,230	200,000	102
44 -> 60 Ca	Air	28600 ± 1480	29400	97	301,000 ± 4,780	300,000	100	319,000 ± 3,130	300,000	106
51 V	AHM	33.7 ± 0.489	36.1	94	234 ± 3.81	250	94	953 ± 14.6	1,000	95
52 Cr	AHM	17.3 ± 0.296	18.5	94	287,000 ± 3,980	300,000	96	14,300 ± 266	15,000	95
55 Mn	AHM	36.3 ± 0.492	37.1	98	8,060 ± 196	8,000	101	6,040 ± 143	6,000	101
56 Fe	AHM	90.4 ± 1.05	93.4	97	1,230,000 ± 22,800	1,200,000	103	397,000 ± 7,640	400,000	99
59 Co	AHM	23.9 ± 0.345	25.3	94	126 ± 1.49	100	126	154 ± 2.28	150	102
60 Ni	AHM	55.7 ± 0.752	59.8	93	538 ± 5.82	500	108	496 ± 6.78	500	99
63 Cu	AHM	20.5 ± 0.332	21.7	95	982 ± 10.1	1,000	98	976 ± 12.7	1,000	98
66 Zn	AHM	74.6 ± 0.671	74.4	100	15,000 ± 217	15,000	100	5,170 ± 78.3	5,000	103
75 As	AHM	52.6 ± 0.652	57.4	92	565 ± 5.73	600	94	191 ± 1.77	200	96
75 -> 91 As	Air	53.9 ± 0.889	57.4	94	586 ± 5.62	600	98	195 ± 1.72	200	98
78 Se	AHM	10.9 ± 0.172	11.7	93	19.4 ± 0.362	20	97	9.96 ± 0.340	10	100
80 -> 96 Se	Air	10.7 ± 0.345	11.7	91	18.3 ± 0.760	20	91	9.40 ± 0.452	10	94
88 Sr	AHM	314 ± 3.18	314	100	2.21 ± 0.027	-	-	1.73 ± 0.034	-	-
95 Mo	AHM	105 ± 0.76	115	91	1.26 ± 0.025	-	-	0.957 ± 0.034	-	-
107 Ag	AHM	0.966 ± 0.035	0.97	100	0.659 ± 0.019	-	-	0.509 ± 0.011	-	-
111 Cd	AHM	5.64 ± 0.039	5.89	96	98.3 ± 0.888	100	98	30.3 ± 0.440	30	101
121 Sb	AHM	51.3 ± 0.635	55.5	92	474 ± 3.82	-	-	41.2 ± 0.328	40	103
137 Ba	AHM	476 ± 7.25	518	92	466 ± 3.93	500	93	3,820 ± 41.7	4,000	96
201 Hg	AHM	0.004 ± 0.001	-	-	0.050 ± 0.012	-	-	0.270 ± 0.016	-	-
205 Tl	AHM	6.62 ± 0.092	-	-	9.54 ± 0.215	10	95	10.0 ± 0.268	10	100
Pb*	AHM	17.7 ± 0.268	18.5	96	6,740 ± 95.3	7,000	96	2,030 ± 51.6	2,000	102
232 Th	AHM	0.003 ± 0.000	-	-	19.0 ± 0.334	20	95	99.0 ± 2.03	100	99
238 U	AHM	0.005 ± 0.000	-	-	9.73 ± 0.196	10	97	29.9 ± 0.719	30	100

\*Pb = <sup>206</sup>Pb + <sup>207</sup>Pb + <sup>208</sup>Pb

표 5. CRM의 인증값 회수율, n=9.

분석물질	DCS 셀 모드	1/10 HPS 토양 A						1/10 HPS 토양 B		
		평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)	토양 A 스파이크 측정 농도 (µg/L)	스�파이크 농도 (µg/L)	스�파이크 회수율 (%)	평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)
7 Li	AHM	0.010 ± 0.011	-	-	10.2	10	102	0.077 ± 0.024	-	-
9 Be	AHM	<LOD	-	-	92.0	100	92	0.0127 ± 0.004	-	-
23 Na	AHM	7280 ± 121	7000	104	17200	10000	99	10,000 ± 171	10000	100
24 Mg	AHM	7290 ± 97.7	7000	104	17300	10000	100	8,110 ± 108	8000	101
27 Al	AHM	50900 ± 812	50000	102	60200	10000	92	68,900 ± 1,220	70000	98
39 -> 39 K	Air	20800 ± 118	20000	104	30400	10000	96	21,400 ± 136	21000	102
44 -> 60 Ca	Air	37600 ± 245	35000	108	47700	10000	101	13,500 ± 133	12500	108
51 V	AHM	9.4 ± 0.149	10	94	102	100	93	72.3 ± 0.970	80.0	90
52 Cr	AHM	0.204 ± 0.012	-	-	93.5	100	93	36.8 ± 0.479	40.0	92
55 Mn	AHM	10.7 ± 0.146	10	107	9980	10000	99	9,650 ± 180	10000	96
56 Fe	AHM	19600 ± 339	20000	98	28600	10000	90	33,500 ± 490	35000	96
59 Co	AHM	0.522 ± 0.007	-	-	93.7	100	93	9.75 ± 0.105	10.0	98
60 Ni	AHM	28.9 ± 0.184	30	96	119	100	90	18.4 ± 0.199	20.0	92
63 Cu	AHM	28.5 ± 0.21	30	95	121	100	93	279 ± 2.58	300	93
66 Zn	AHM	101 ± 1.04	100	101	10400	100	102	6,870 ± 49.6	7000	98
75 As	AHM	18.8 ± 0.094	20	94	112	100	93	546 ± 4.80	600	91
75 -> 91 As	Air	19.1 ± 0.247	20	96	114	100	94	558 ± 6.77	600	93
78 Se	AHM	1.27 ± 0.031	1	127	97.3	100	96	0.153 ± 0.016	-	-
80 -> 96 Se	Air	1.28 ± 0.031	1	128	96.2	100	95	0.169 ± 0.019	-	-
88 Sr	AHM	0.222 ± 0.004	-	-	10.0	10	98	0.164 ± 0.003	-	-
95 Mo	AHM	0.077 ± 0.002	-	-	94.1	100	94	0.125 ± 0.004	-	-
107 Ag	AHM	0.038 ± 0.001	-	-	98.8	100	99	0.021 ± 0.002	-	-
111 Cd	AHM	0.308 ± 0.006	0.3	103	98.7	100	98	19.8 ± 0.181	20	99
121 Sb	AHM	3.04 ± 0.034	3	101	102	100	99	38.8 ± 0.317	20	97
137 Ba	AHM	481 ± 4.86	500	96	574	100	93	668 ± 7.43	700	95
201 Hg	AHM	0.039 ± 0.003	-	-	0.542	0.5	101	0.00588 ± 0.001	-	-
205 Tl	AHM	0.002 ± 0.000	-	-	105	100	105	0.0628 ± 0.003	-	-
Pb*	AHM	40.8 ± 1.02	40	102	145	100	104	6,230 ± 111	6000	104
232 Th	AHM	9.81 ± 0.167	10	98	111	100	101	10.1 ± 0.126	10	101
238 U	AHM	1.05 ± 0.021	1	105	102	100	101	25.6 ± 0.332	25	102

\*Pb = <sup>206</sup>Pb + <sup>207</sup>Pb + <sup>208</sup>Pb

표 6. 실제 퇴적물 시료의 인증값 회수율(n=3 x 9 반복 측정). 농도 단위 µg/L.

분석물질	DCS 셀 모드	측정된 농도	스파이크 농도	스파이크 시료에서 측정된 농도	회수율 (%)
7 Li	AHM	20.5 ± 1.03	-	20.3 ± 1.02	-
9 Be	AHM	0.688 ± 0.035	50	52.9 ± 0.685	104
23 Na	AHM	6760 ± 343	5000	12200 ± 374	109
24 Mg	AHM	5400 ± 268	5000	10800 ± 287	109
27 Al	AHM	18400 ± 818	50	18400 ± 939	**133
39 -> 39 K	Air	5540 ± 253	5000	10800 ± 216	105
44 -> 60 Ca	Air	6190 ± 290	5000	11600 ± 287	108
51 V	AHM	45.5 ± 1.93	50	98.6 ± 1.76	106
52 Cr	AHM	41.3 ± 1.9	50	95 ± 1.62	107
55 Mn	AHM	276 ± 13.4	50	334 ± 13.3	**115
56 Fe	AHM	27900 ± 1530	5000	33700 ± 1440	**117
59 Co	AHM	6.06 ± 0.323	50	59.6 ± 0.713	107
60 Ni	AHM	30.3 ± 1.76	50	83.6 ± 1.81	106
63 Cu	AHM	14.2 ± 0.86	50	67.6 ± 1.00	107
66 Zn	AHM	59.5 ± 3.19	50	112 ± 3.3	106
75 As	AHM	8.69 ± 0.45	50	58.5 ± 0.735	100
75 -> 91 As	Air	8.25 ± 0.426	50	57.2 ± 0.66	98
78 Se	AHM	0.828 ± 0.043	50	51.9 ± 0.685	102
80 -> 96 Se	Air	0.297 ± 0.011	50	48.7 ± 0.66	97
88 Sr	AHM	39.9 ± 1.69	-	39.9 ± 1.85	-
95 Mo	AHM	2.19 ± 0.143	50	53 ± 0.772	102
107 Ag	AHM	0.070 ± 0.005	50	53.7 ± 0.806	107
111 Cd	AHM	0.205 ± 0.013	50	52.6 ± 0.826	105
121 Sb	AHM	0.298 ± 0.03	50	51.7 ± 0.826	103
137 Ba	AHM	61.6 ± 4.03	50	112 ± 3.56	101
201 Hg	AHM	0.062 ± 0.004	-	0.056 ± 0.005	-
205 Tl	AHM	0.204 ± 0.005	50	52.7 ± 1.04	105
Pb*	AHM	12.6 ± 0.613	50	64.4 ± 1.07	103
232 Th	AHM	6.76 ± 0.422	50	57 ± 0.909	100
238 U	AHM	1.87 ± 0.098	50	55.2 ± 0.92	107

\*Pb = <sup>206</sup>Pb + <sup>207</sup>Pb + <sup>208</sup>Pb

\*\*시료 농도가 스파이크 수준보다 훨씬 높아 회수율 결과의 신뢰성이 저하되었습니다.

## 결론

본 연구에서는 UHMI 및 옵션인 AVS MS를 장착한 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 EPA Method 6020B에 따라 퇴적물 시료를 분석했습니다. 이 시스템에는 Mira Mist 네블라이저 및 인라인 입자 필터를 포함한 고성능 시료 도입 구성 요소가 장착되었습니다.

Mira Mist 네블라이저와 인라인 필터의 조합을 통해 별도의 여과 단계 없이 퇴적물 분해액을 분석할 수 있었으며, 시료 준비 시간과 소모품 비용을 절감할 수 있었습니다. 동시에, 해당 구성은 시료 도입부 막힘 위험을 최소화하여 복잡한 환경 매트릭스에서 견고하고 신뢰할 수 있는 장기 ICP-QQQ 운영을 지원했습니다.

전반적으로, Mira Mist 네블라이저 및 인라인 입자 필터를 장착한 9500 ICP-QQQ로 우수한 분석 데이터를 얻을 수 있었습니다.

- 대부분의 분석물질에 대해 낮은 ng/L(ppt) 범위의 낮은 검출 한계
- 점착성 원소에 대해 표준 시료 도입 구성과 동일하거나 유사한 세척 효율
- 필터 설치 여부와 관계없이 동일한 시료 도입 시간
- ISTD 및 CCV 회수율이 EPA Method 6020B에 명시된 한계 내에 있었으며, 이를 통해 8시간 이상의 연속 측정에서 분석법의 견고성 및 재현성 입증
- 5개의 환경 CRM, 매트릭스 스파이크 시료 및 스파이크 처리된 실제 퇴적물 시료에서 모든 인증 원소의 회수율이 ±10% 이내로 나타났으며, 이를 통해 AHM 및 에어 셀 모드를 사용한 간섭 제어의 효과를 확인

본 연구는 Mira Mist 네블라이저 및 인라인 입자 필터를 장착한 9500 ICP-QQQ가 복잡한 퇴적물 분해액 분석에서 시료 준비의 효율성과 분석 성능을 어떻게 향상시키는지 보여주었습니다.

## 참고 자료

1. U.S. EPA. 2014. "Method 6020B (SW-846): Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry," Revision 2. Washington, DC, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6020b-sw-846-inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry> (accessed April 2026)
2. Tetsuo, K. Fast and Reliable Analysis of Soil and Sediments using ICP-MS with an Innovative Cell, 애질런트 발행물, [5994-9128EN](#)
3. 듀얼 셀 시스템(DCS) 및 고성능 헬륨 모드(AHM), 애질런트 발행물, [5994-8985KO](#)
4. 듀얼 셀 시스템을 탑재한 Agilent 9500 ICP-QQQ의 에어 셀 모드, 애질런트 발행물, [5994-8987KO](#)
5. Sugiyama, N. Solving Doubly Charged Ion Interferences using an Agilent 8900 ICP-QQQ, 애질런트 발행물, [5994-1155EN](#)

# 이 응용 연구에 사용된 제품

## 애질런트 제품

제품 유형	설명	부품 번호
시료 도입 시스템*	Quartz sample introduction system for 9500 ICP-MS	<a href="#">M5150-67107</a>
	Mira Mist nebulizer (PEEK) for Agilent ICP-MS	<a href="#">G3161-80001</a>
인터페이스	ICP-MS sampler cone for 9500 ICP-MS, Ni tip with Cu base	<a href="#">M5150-67000</a>
	Nickel skimmer cone for 9500 ICP-MS with u-lens	<a href="#">M5150-67005</a>
	Extraction-Omega lens assembly, u-lens, stainless steel base	<a href="#">M5150-67022</a>
튜브링 키트	Easy-fit peristaltic-pump tubing, PVC, white/white, 1.02 mm id, for sample	<a href="#">5005-0020</a>
	Easy-fit peristaltic-pump tubing, PVC, blue/orange, 0.25 mm id, for internal standard	<a href="#">5005-0021</a>
	Easy-fit peristaltic-pump tubing, beige thermoplastic, yellow/blue, 1.52 mm id, for drain	<a href="#">5005-0022</a>
	Sample loop for ADS 2/AVS MS, 1.50 mL, 1.00 mm id	<a href="#">5005-0425</a>
	AVS MS preconfigured tubing kit for 9500 ICP-MS	<a href="#">M5171-67001</a>
용기 키트	Diluent/carrier 6 L bottle kit, includes a 6 L can, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve	<a href="#">5005-0435</a>
	Diluent 2 L PFA bottle kit for ICP-MS, includes 2 L PFA bottle, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve	<a href="#">5005-0436</a>
	Waste container kit, includes a 10 L waste can, S60 StaySafe cap, fittings, and acid vapor filter	<a href="#">5005-0437</a>
화학 표준물질	Initial calibration verification standard	<a href="#">5183-4682</a>
	Environmental calibration standard	<a href="#">5183-4688</a>

\*Glass Expansion Guardian In-Line Particle Filter(부품 번호 70-803-1108) 포함

[www.agilent.com/chem/9500icpqqq](http://www.agilent.com/chem/9500icpqqq)

DE-013880

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2026  
2026년 6월 1일, 한국에서 발행  
5994-9126KO

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](mailto:korea-inquiry_lsca@agilent.com)

