

단일 ICP-MS 분석법을 사용한 저-고 매트릭스 환경 시료의 자동 분석

Advanced Dilution 시스템을 갖춘 Agilent 7850 ICP-MS를
이용한 물, 퇴적물 및 토양의 효율적 다원소 분석



저자

Rentaro Yamashita
Agilent Technologies, Inc.

서론

애질런트 Advanced Dilution 시스템 2(ADS 2)는 Agilent ICP-MS 기기를 위한 새로운 2 시린지 자동 희석 시스템으로, 원액 표준물질과 시료를 최대 400배까지 자동으로 희석할 수 있습니다. 애질런트는 검량, 시료 희석 및 범위를 초과한 시료의 재분석을 자동화하여 원소 분석의 효율성과 시료당 비용을 개선하기 위해 ADS 2를 개발했습니다.¹

낮은 검출 한계, 넓은 측정 범위, 높은 처리량 및 다원소 기능을 갖춘 ICP-MS는 환경 실험실에서 다양한 매트릭스가 포함된 시료의 다원소를 정량화하는 데 광범위하게 사용됩니다. 무기 환경 검사 시설은 환경 모니터링, 규정 준수 테스트 및 원소 오염 물질이 생태계에 미치는 영향을 연구하는 데 중요한 역할을 합니다. 중-대규모 계약 실험실에서는 먹는물 및 지표수, 토양, 퇴적물, 폐수, 농산물 및 유출 화학물질을 포함하여 하루에 수백 개의 시료를 분석할 수 있습니다. 이처럼 크고 다양한 시료 로드를 관리하기 위해 실험실 관리자는 워크플로의 효율성과 생산성을 높이고 직원에 대한 의존도를 낮추기 위한 새로운 방법을 지속적으로 찾고 있습니다.

많은 실험실에서는 일반적으로 분석법 개발이나 정량 분석 전에 미지 시료를 선별 검사합니다. 그러나 통합된 ADS 2를 사용하면 Agilent ICP-MS에서 규범적 희석과 반응성 희석을 결합하여 사전 스크리닝 없이 다양한 종류의 시료를 처리할 수 있어 시료 처리량이 크게 향상됩니다.

Agilent 7850 ICP-MS는 총 용존 고형물(TDS) 함량이 높은 시료를 포함하여 환경 시료의 정확한 측정에 이상적입니다.^{2,3} 7850 ICP-MS에는 일상적인 테스트 실험실에 도움이 되는 다음과 같은 기능이 포함되어 있습니다.

- **강력한 플라즈마 이온 소스:** 최적화된 플라즈마(낮은 CeO⁺/CE⁺ 비율)는 다양한 시료 유형을 쉽게 처리할 수 있어 정확한 데이터, 뛰어난 장기적 안정성 및 낮은 유지보수 요구를 보장합니다.
- **10¹⁰에 이르는 선형 측정 범위:** 주요 분석물질과 미량 분석물질을 한 번의 실행으로 측정할 수 있으므로 분석 범위가 넓어 분석법 설정이 간소화됩니다. 즉, 범위 초과 결과로 인한 재실행 횟수가 줄어듭니다.
- **Octopole 반응 시스템(ORS⁴) 헬륨(He) 충돌 모드:** He 충돌 모드는 운동 에너지 판별법(KED)을 통해 일반적인 스펙트럼 간섭을 제어하는 데 사용되어 데이터 정확성을 보장합니다.
- **Ultra High Matrix Introduction(UHMI) 에어로졸 희석 기술:** UHMI는 이미 뛰어난 7850 ICP-MS의 플라즈마 견고성을 더욱 향상시켜 이 기기에서 TDS의 백분율 수준으로 시료를 처리할 수 있도록 해줍니다.
- **Agilent ICP-MS MassHunter:** 이 강력한 소프트웨어에는 유용한 소프트웨어 사전 설정, 내장 분석법 및 보고서 템플릿, 그리고 분석 워크플로의 모든 면을 간소화하는 사용하기 쉬운 기능이 포함되어 있습니다.

자동화 기능을 통해 실험실 생산성을 더욱 향상시키기 위해 7850 ICP-MS와 ADS 2로 구성된 완전히 통합된 시스템을 사용하면 다음의 세 가지 중요한 시간을 절약하는 기능을 자동으로 수행할 수 있습니다.

- **자동 검량:** 모든 검량선은 단일 원액에서 자동으로 생성되므로 표준 용액 준비에 필요한 시간이 크게 단축됩니다.
- **규범적 희석:** 측정 전에 시료를 자동으로 희석하면 매트릭스 농도가 높은 시료를 준비하는 데 필요한 시간이 줄어듭니다. 온라인 자동 희석은 수작업을 줄일 뿐만 아니라 시료 전처리 중에 작업자의 실수와 오염이 발생할 수 있는 위험도 방지합니다.
- **반응성 희석:** 농도가 검량 범위를 초과하거나 내부 표준물질 (ISTD) 원소가 억제 또는 강화를 나타내는 경우 즉시 자동으로 시료를 희석하고 다시 측정합니다. ADS 2의 이 기능은 분석 후 재작업과 범위를 초과한 시료의 수동 희석을 방지하여 생산성을 더욱 향상시키고 분석자가 생산적인 작업에 집중할 수 있도록 도와줍니다.

이 응용 자료에서는 ADS 2 및 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기가 장착된 Agilent 7850 ICP-MS를 사용하여 다양한 환경 시료에서 26개의 주원소, 부원소 및 미량 원소를 단일 분석법으로 측정합니다. 먹는물, 폐수, 강 퇴적물, 토양 및 합성 해수의 분석 전반에 걸쳐 ADS 2를 사용한 7850 ICP-MS의 희석 정확도와 장기적 안정성을 평가했습니다.

실험

기기

ADS 2 및 SPS 4 자동 시료 주입기가 통합된 7850 ICP-MS (그림 1)는 ICP-MS MassHunter 소프트웨어 버전 5.3을 사용하여 완벽하게 제어되었습니다. ADS 2는 ICP-MS용 고급 밸브 시스템 (AVS MS)을 포함하는 사전 구성된 2시린지 모듈식 희석 시스템입니다*. 이 시스템은 설치, 작동, 유지보수 및 문제 해결이 간편해 운영 비용을 낮추고 수작업과 분석 시간 요구를 줄임으로써 시료 처리량을 향상시킵니다.



그림 1. Agilent ADS 2 자동 희석기와 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기가 장착된 Agilent 7850 ICP-MS.

7850 ICP-MS에는 MicroMist concentric glass nebulizer, 온도 조절식 석영 스프레이 챔버, 및 2.5mm 내경 주입기가 있는 석영 토치로 구성된 표준 시료 주입 시스템이 장착되어 있습니다. 니켈 스키마 콘과 함께 니켈 도금된 구리 샘플링 콘이 사용되었습니다.

표 1에 나타난 것처럼 ORS⁴는 NoGas모드(Be의 경우), He 모드 (24개 원소의 경우), 강화된 고에너지 He 모드(Se의 경우 HEHe 모드)의 세 가지 모드로 작동됩니다. 일부 시료의 TDS 함량이 알려지지 않았기 때문에 UHMI-4를 플라즈마 설정으로 선택했습니다. 표 1은 플라즈마 및 기기 파라미터를 보여줍니다. 어둡게 표시한 행은 자동으로 정의된 UHMI 설정입니다. 이온 렌즈 전압은 감도를 최대화하도록 자동으로 최적화되었습니다.

표 1. Agilent 7850 ICP-MS 작동 파라미터.

파라미터	가스 미사용	He	HEHe
플라즈마 모드	UHMI-4		
RF 전력(W)	1600		
시료 깊이(mm)	10		
Nebulizer 가스(L/min)	0.83		
희석 가스(L/분)	0.15		
렌즈 조정	자동 조정		
셀 가스 유속(mL/분)	0	5	10
에너지 판별 전압(V)	5	5	7

어둡게 표시한 파라미터는 UHMI를 사용하여 자동으로 정의됩니다. 셀레늄(Se)에 사용되는 강화된 HEHe 모드 설정.

ADS 2는 용액을 최대 400배까지 자동 희석할 수 있으므로 다농도 검량 용액의 준비와 고 매트릭스 시료의 자동 희석(규범적 희석)에 매우 적합합니다. 규범적 희석 외에도 ADS 2는 일부 원소의 농도가 사용자 정의된 농도(최대 검량 농도 등)를 초과하는 경우 시료의 자동 희석과 재측정에 사용할 수 있습니다(반응성 희석).

그림 2에 표시된 대로 반응성 희석 기능은 “검량선 농도 범위 초과”에 대한 QC 소프트웨어 탭에서 “희석 및 재실행”을 선택하여 설정할 수 있습니다. 희석 및 재실행은 내부 표준 물질 “ISTD 회수율” 신호에도 적용될 수 있습니다.

Outlier	Method		
	Minimum Value	Maximum Value	Error Action
Calibration Curve Fit R	0.995		Ignore and Continue
Relative Standard Error %		90	Abort
Relative Error %		90	Abort
ISTD Recovery % [compared with CalBlk]	75	125	Dilute and Re-Run
Spike Recovery % [compared with SpikeRef]			Spike Ref
QC Sample Conc Stability % [use 'QC1' Sample]	90	110	QC1
QC Sample Conc Stability % [use 'QC2' Sample]	85	115	QC2
QC Sample Conc Stability % [use 'QC3' Sample]			QC3
QC Sample Conc Stability % [use 'QC4' Sample]			QC4
QC Sample Conc Stability % [use 'QC5' Sample]			QC5
Count RSD %		5 >= 10000 cps	Ignore and Continue
Blank Conc Level % [use BlkVrfy' Sample]		100	BlkVrfy
Out of Calibration Curve Concentration Range %		125	Dilute and Re-Run

그림 2. Agilent ICP-MS MassHunter 소프트웨어 버전 5.3의 QC 탭에서 ISTD 회수율 및/또는 검량선 농도 % 범위를 초과한 결과에 대한 이상값이 존재할 때의 조치를 보여줍니다.

ADS 2 및 SPS 4의 하드웨어 설정 세부 정보는 표 2에 나열되어 있으며 ADS 2 시료 주입 파라미터는 표 3에 나와 있습니다.

표 2. Agilent ADS 2 및 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기의 구성입니다.

파라미터	세부 정보
시료 루프	1.5mL
담체 시린지	5mL, 유리
희석제 시린지	10mL, 석영
분석당 시간	150초(희석 없음), 175-190초(희석 포함)
프로브	1.0mm 내경, 100cm 길이(튜빙)
연동 펌프 튜빙	공급측: 희석/희석. 배출측: 보라색/흰색.

표 3. Agilent ADS 2 시료 주입 파라미터.

상(Phase)	시간(초)	펌프 속도(%)	바이알	밸브
시료 로드	10	50	시료	로드
안정화	8	5	린스 포트	주입
프로브 헹굼(시료/표준물질)	15	5	린스 포트	주입
프로브 헹굼 1	5	50	린스 포트	주입
프로브 헹굼 2	20	0	린스 포트	주입
린스 3	1	0	홈	주입
루프 프로브 세척 옵션	10	50	린스 포트	로드
루프 세척 옵션	1	5	린스 포트	주입
루프 프로브 세척(희석) 옵션	10	50	린스 포트	로드

프로브 헹굼 1: “프로브 헹굼(시료/표준물질)” 중 헹굼 용액의 오염이 있을 경우 짧은 시간 동안 펌프 속도를 높이면 제거됩니다. 프로브 헹굼 2: 새 헹굼 용액이 린스 포트에 축적될 수 있도록 시간을 두고 루프 세척 옵션 과정을 준비합니다. 프로브 헹굼 3은 프로브를 “홈” 위치로 설정하여 헹굼 용액의 소비를 줄입니다.

시료 및 용액

모든 용액(담체, 희석제, 헹굼 용액, 내부 표준물질 및 검량 표준물질)은 1% 질산(HNO_3) 및 0.5% 염산(HCl)을 사용하여 준비했습니다. 용액 내 Ag, Sb 및 Hg와 같은 원소의 안정성을 보장하기 위해 HCl이 포함되었습니다.

검량 표준물질, 스파이크 및 품질 관리(QC) 표준물질은 애질런트 환경 검량 표준물질(부품 번호 5183-4688)로부터 준비되었습니다. Al, Mn, Zn, Hg 및 Pb에도 단일 원소 표준물질이 사용되었습니다 (Kanto Chemicals, 일본)*. ADS 2를 사용하여 400배, 200배, 100배, 50배, 20배, 10배, 5배, 2배 및 1배(희석되지 않음)로 자동 희석된 단일 혼합 원액 표준물질로부터 검량선을 작성했습니다. 각 원소의 검량 범위는 표 4에 나와 있습니다.

표 4. 검량선의 농도 범위.

원소	검량 범위($\mu\text{g/L}$)
Na, Mg, Al, K, Ca 및 Fe	25-10000
Mn, Zn 및 Pb	2.5-1000
Hg	0.005-2
Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Th 및 U	0.25-100

먹는물, 폐수, 강 퇴적물, 토양 인증 표준물질(CRM), 합성 해수의 세부 정보가 표 5에 나와 있습니다.

표 5. 본 연구에서 분석한 환경 시료 목록입니다.

명칭	유형	공급업체
NIST 1643f 물의 미량 원소(1643f)	먹는물	NIST, Gaithersburg MD
인증된 폐수 - 미량 금속 용액 H(CWW-TM-H)	폐수	고순도 표준물질, Charleston SC, 미국
강 퇴적물 용액 B(RS-B)	강 퇴적물	고순도 표준물질, Charleston SC, 미국
토양 용액 B(Soil-B)	토양	고순도 표준물질, Charleston SC, 미국
Marine Art SF-1	합성 해수	Osakayakken, 일본

초기 검량 검증(ICV) 및 연속 검량 검증(CCV) 표준물질, 및 초기 검량 블랭크(ICB) 및 연속 검량 블랭크(CCB) 용액이 실행 중 QC 점검에 사용되었습니다 ICV 및 CCV 표준물질은 ADS 2를 사용해 검량 원액 표준물질을 2배로 희석하여 준비했습니다.

ISTD 용액은 애질런트 내부 표준 혼합물(부품 번호 5183-4681)로부터 준비했습니다. 단일 원소 표준물질*은 Ge(SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, 미국) 및 Ir(Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, 미국)에 사용되었습니다. ^{6}Li , Sc, Ge, Y, In, Tb 및 ^{191}Ir 1ppm으로 조성된 ISTD 용액이 온라인으로 자동 첨가되었습니다. 좁은 내경의 튜빙으로 시료 희석을 최소화하여 ISTD 원액이 약 15배 희석되었습니다.

분석 워크플로

그림 3에 나와 있는 분석 워크플로에 따라 희석 정확도와 장기적 안정성 테스트를 별도로 수행했습니다.

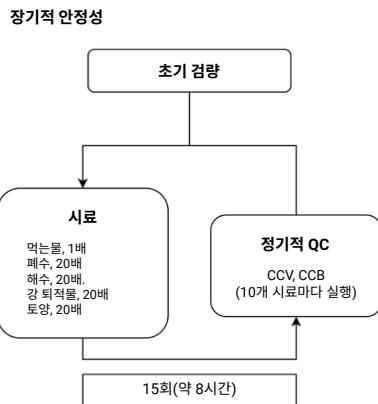
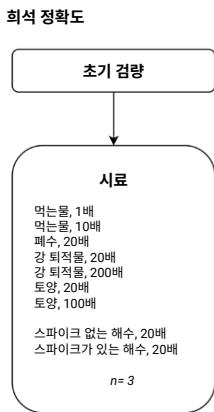


그림 3. 시료 희석률(Dilution Factor)을 보여주는 분석 시퀀스. 희석 정확도 테스트를 위해 Agilent ADS 2를 사용하여 자동 반응성 희석 후 밀출 친 시료를 Agilent 7850 ICP-MS로 측정했습니다.

희석 정확도를 평가하기 위해 먹는물 CRM 시료를 희석 없이 측정했으며, 더 높은 매트릭스의 CRM 시료는 20배의 규범적 자동 희석 후 측정했습니다. 측정된 결과를 인증된 값과 비교했습니다. 단일 원소의 농도가 검량 범위를 초과하는 경우, ADS 2는 자동 반응성 희석 후 자동으로 시료를 다시 실행합니다. 희석 정확도에 대한 추가 평가를 위해 합성 해수 시료를 스파이킹하고 표준물질 첨가 희수율을 평가했습니다.

장기적 안정성 테스트에서는 동일한 희석률과 시료를 사용했으나, 합성 해수 시료에 대한 반응성 희석이나 스파이킹은 수행하지 않았습니다. 8시간 실행 동안 10개 시료마다 CCV 및 CCB 용액을 측정했습니다.

결과 및 토의

기기 검출 한계 및 자동 검량

26개 원소에 대한 기기 검출 한계(IDL)는 검량 블랭크의 7회 반복 분취량 측정 표준 편차의 3배 값으로부터 계산되었습니다(표 6).

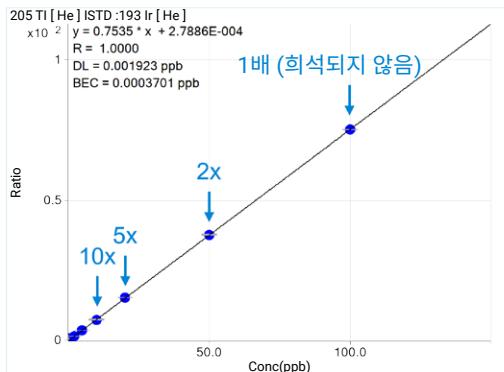
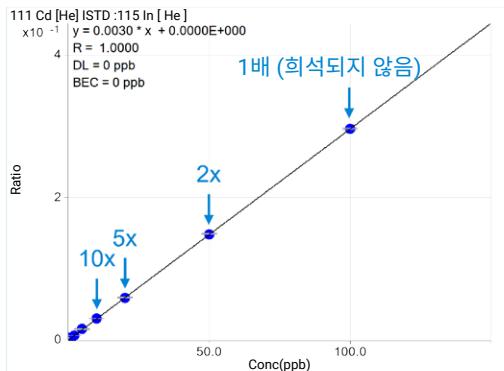
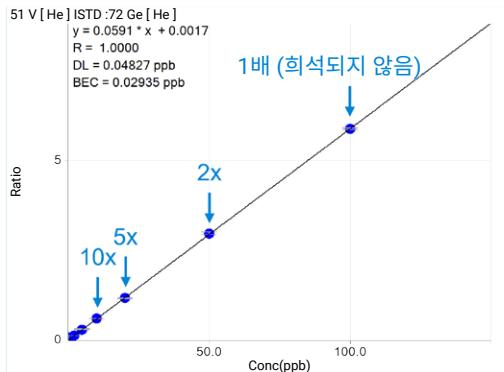
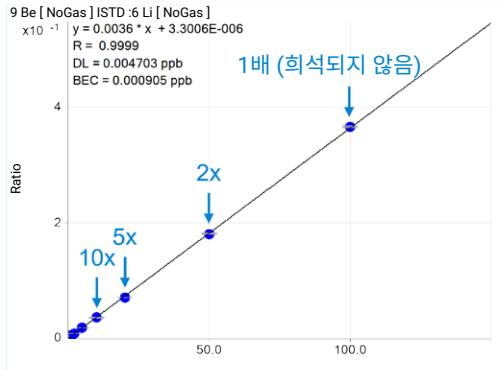
모든 자동 검량선은 희석되지 않음(1배)에서 400배 희석까지 넓은 측정 범위에 걸쳐 뛰어난 직선성을 보여주었습니다. 모든 곡선의 검량 계수는 0.9995보다 컷습니다. 질량 범위(Be, V, Cd 및 Tl)에 걸친 원소의 대표적 검량선이 각각 Figure 4, 왼쪽 및 오른쪽에 나와 있습니다. 하위 수준 검량 표준물질의 뛰어난 직선성은 ADS 2가 표준물질을 최대 400배까지 정확하게 희석할 수 있음을 보여줍니다.

표 6. 분석물, 셀 가스 모드, 내부 표준물질 및 IDL.

분석물질	모드	ISTD	IDL($\mu\text{g/L}$)
9 Be	가스 미사용	6 Li	0.001
23 Na	He	45 Sc	1.8
24 Mg	He	45 Sc	0.041
27 Al	He	45 Sc	0.055
39 K	He	45 Sc	3.0
44 Ca	He	45 Sc	4.9
51 V	He	72 Ge	0.001
52 Cr	He	72 Ge	0.008
55 Mn	He	72 Ge	0.019
56 Fe	He	72 Ge	0.050
59 Co	He	72 Ge	0.002
60 Ni	He	72 Ge	0.009
63 Cu	He	72 Ge	0.012
66 Zn	He	72 Ge	0.016
75 As	He	72 Ge	0.020
78 Se	HEHe	72 Ge	0.040
95 Mo	He	115 In	0.001
107 Ag	He	115 In	0.001
111 Cd	He	115 In	0.001
121 Sb	He	115 In	0.002
137 Ba	He	115 In	0.019
201 Hg	He	193 Ir	0.003
205 Tl	He	193 Ir	0.0003
Pb*	He	193 Ir	0.0010
232 Th	He	193 Ir	0.0001
238 U	He	193 Ir	0.0001

*Pb 데이터는 206, 207, 208 동위원소의 합을 기준으로 합니다.

전체 스케일 편향



확대한 스케일

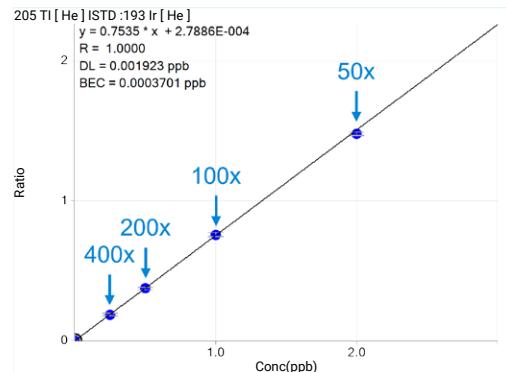
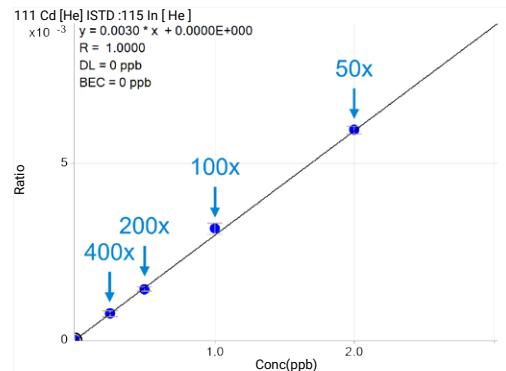
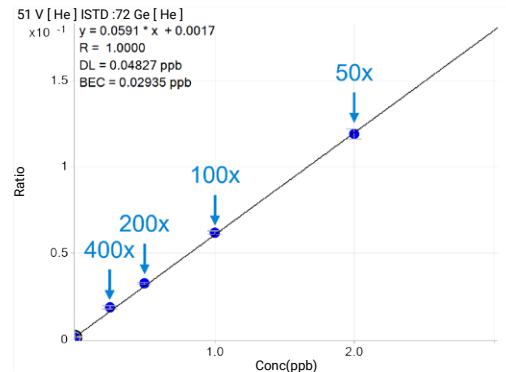
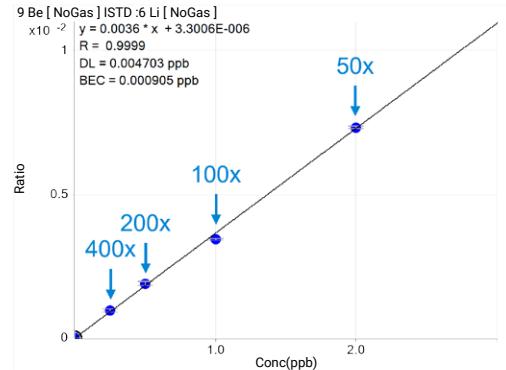


그림 4. Be, V, Cd 및 Ti에 대한 검량선. 왼쪽: Agilent ADS 2를 사용하여 400배 희석에서 희석 없음까지 전처리된 전체 검량 범위를 보여줍니다. 오른쪽: ADS 2를 사용하여 50배에서 400배까지 자동 희석된 저농도 표준물질만 표시합니다.

반응성 희석을 통한 CRM의 정확한 분석

먹는물, 폐수, 강 퇴적물 및 토양 CRM은 시퀀스 동안 각각 3회 분석되었으며 각 분석물질에 대한 평균 농도와 회수율이 계산되었습니다(Table 7). 인증되지 않은 원소에는 “NA”라고 표시했으며 회수율이 제공되지 않습니다. 일부 원소의 농도 (먹는물에는 Na, Ca, Mo, Ba, 강 퇴적물에는 Al, Ca, Cr, Fe, Ba, 토양에는 Al, K, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Ba, Pb)는 초기에 검량 범위 이상으로 측정되었습니다. 따라서 이러한 매트릭스의 이러한 원소에 대해 어둡게 표시된 셀의 데이터는 ADS 2를 사용하여 반응성 희석 후에 획득되었습니다.

표 7. CRM에서 인증된 원소의 농도 및 회수율을 측정했습니다, ($n = 3$). 농도 단위는 $\mu\text{g/L}$ 입니다. 어둡게 표시된 셀의 데이터는 Agilent ADS 2를 사용하여 자동 반응성 희석 후 Agilent 7850 ICP-MS에 의해 획득되었습니다.

원소	먹는물(1643f)				폐수(CWW-TM-H)			
	희석률 (Dilution Factor)	인증값	평균 농도	회수율(%)	희석률 (Dilution Factor)	인증값	평균 농도	회수율(%)
9 Be	1	13.53	13.9	102	20	20	19.2	96
23 Na	10	18640	19500	105	20	NA	608	-
24 Mg	1	7380	7410	100	20	NA	< DL	
27 Al	1	132.5	137	104	20	100	104	104
39 K	1	1913.3	1980	103	20	NA	268	-
44 Ca	10	29140	30600	105	20	NA	253	-
51 V	1	35.71	35.9	100	20	500	508	102
52 Cr	1	18.32	18.4	100	20	500	522	104
55 Mn	1	36.77	37.3	102	20	100	98.8	99
56 Fe	1	92.51	96.7	105	20	250	266	107
59 Co	1	25.05	25.0	100	20	500	529	107
60 Ni	1	59.2	58.4	99	20	500	534	107
63 Cu	1	21.44	20.7	96	20	500	536	107
66 Zn	1	73.7	75.0	102	20	500	522	104
75 As	1	56.85	57.1	100	20	100	105	105
78 Se	1	11.583	11.7	101	20	50	49.6	99
95 Mo	10	114.2	116	102	20	100	104	104
107 Ag	1	0.9606	0.929	97	20	20	20.9	104
111 Cd	1	5.83	5.80	100	20	100	102	102
121 Sb	1	54.9	54.8	100	20	200	201	100
137 Ba	10	513.1	512	100	20	100	100	100
201 Hg	1	NA	0.021	-	20	NA	0.175	-
205 Tl	1	6.823	6.95	102	20	250	238	95
Pb*	1	18.303	18.7	102	20	500	485	97
232 Th	1	NA	0.007	-	20	NA	0.048	-
238 U	1	NA	0.006	-	20	NA	< DL	-

*Pb 데이터는 206, 207, 208 동위원소의 합을 기준으로 합니다.

Table 7에서 볼 수 있듯이 인증된 모든 원소는 $100 \pm 10\%$ 이내의 회수율을 나타냈으며 대부분의 원소는 $100 \pm 5\%$ 이상의 회수율을 나타냈습니다. 이러한 결과는 7850 ICP-MS 및 ADS 2가 필요한 경우 자동 반응성 희석을 포함하는 단일 분석법을 사용하여 다양한 유형의 환경 시료를 정량화할 수 있음을 보여줍니다.

표 7 계속. CRM에서 인증된 원소의 농도 및 회수율을 측정했습니다, ($n = 3$). 농도 단위는 $\mu\text{g/L}$ 입니다. 어둡게 표시된 셀의 데이터는 Agilent ADS 2를 사용하여 자동 반응성 희석 후 Agilent 7850 ICP-MS에 의해 획득되었습니다.

원소	강 퇴적물(RS-B)				토양(Soil-B)			
	희석률 (Dilution Factor)	인증값	평균 농도	회수율(%)	희석률 (Dilution Factor)	인증값	평균 농도	회수율(%)
9 Be	20	NA	0.025	-	20	NA	< DL	-
23 Na	20	50000	50300	101	20	100000	100000	100
24 Mg	20	120000	119000	99	20	80000	79400	99
27 Al	200	600000	589000	98	100	700000	680000	97
39 K	20	200000	197000	98	100	210000	204000	97
44 Ca	200	300000	303000	101	20	125000	121000	97
51 V	20	1000	959	96	20	800	772	97
52 Cr	200	15000	14800	98	20	400	389	97
55 Mn	20	6000	5800	97	100	100000	97600	98
56 Fe	200	400000	409000	102	100	350000	351000	100
59 Co	20	150	151	100	20	100	104	104
60 Ni	20	500	478	96	20	200	205	102
63 Cu	20	1000	944	94	100	3000	3000	100
66 Zn	20	5000	4720	94	100	70000	69500	99
75 As	20	200	191	96	100	6000	5810	97
78 Se	20	10	10.7	107	20	NA	1.61	-
95 Mo	20	NA	0.83	-	20	NA	1.03	-
107 Ag	20	NA	0.19	-	20	NA	0	-
111 Cd	20	30	28.7	96	20	200	196	98
121 Sb	20	40	40.1	100	20	400	387	97
137 Ba	200	4000	3790	95	100	7000	6710	96
201 Hg	20	NA	0	-	20	NA	< DL	-
205 Tl	20	10	9.34	93	20	NA	0	-
Pb*	20	2000	1890	94	100	60000	57500	96
232 Th	20	100	95.1	95	20	100	95.6	96
238 U	20	30	28.9	96	20	250	239	95

*Pb 데이터는 206, 207, 208 동위원소의 합을 기준으로 합니다.

해수 시료의 스파이크 회수율

합성 해수 시료의 미량 원소에 대한 매트릭스 스파이크 결과는 표 8에 나와 있습니다. 스파이크 농도는 Ba($20\mu\text{g/L}$) 및 Hg($1\mu\text{g/L}$)를 제외한 대부분의 원소에 대해 검량 표준 용액(표 4)의 1/10 이었습니다. 원래 해수 시료의 주요 원소(Na, Mg, K, Ca) 농도가 스파이크 수준에 비해 너무 높아 이러한 원소에 대한 회수율은 보고되지 않았습니다.

해수 시료의 모든 미량 원소에 대한 회수율은 스파이크 수준의 $100 \pm 10\%$ 이내였으며 이는 정량적 7850 ICP-MS 분석법의 정확성을 입증합니다.

표 8. 합성 해수에서 미량 원소의 스파이크 회수율, ($n = 3$).

원소	희석률 (Dilution Factor)	스파이크 농도 ($\mu\text{g/L}$)	회수율 (%)
9 Be	20	10	94
27 Al	20	1000	95
51 V	20	10	97
52 Cr	20	10	102
55 Mn	20	100	97
56 Fe	20	1000	97
59 Co	20	10	96
60 Ni	20	10	94
63 Cu	20	10	95
66 Zn	20	100	93
75 As	20	10	93
78 Se	20	10	101
95 Mo	20	10	95
107 Ag	20	10	93
111 Cd	20	10	98
121 Sb	20	10	91
137 Ba	20	20	93
201 Hg	20	1	99
205 Tl	20	10	92
Pb*	20	100	96
232 Th	20	10	96
238 U	20	10	97

*Pb 데이터는 206, 207, 208 동위원소의 합을 기준으로 합니다.

장기적 안정성(CCV 및 ISTD 회수율)

ICV 및 CCV 용액의 모든 분석물질에 대한 회수율은 분석 시퀀스 중 10개 시료마다 자동으로 측정되었습니다. CCV는 약 8시간에 걸쳐 15회 측정되었습니다. 그림 5에 표시된 것처럼 모든 CCV 회수율은 예상 농도의 $100 \pm 10\%$ 이내였습니다.

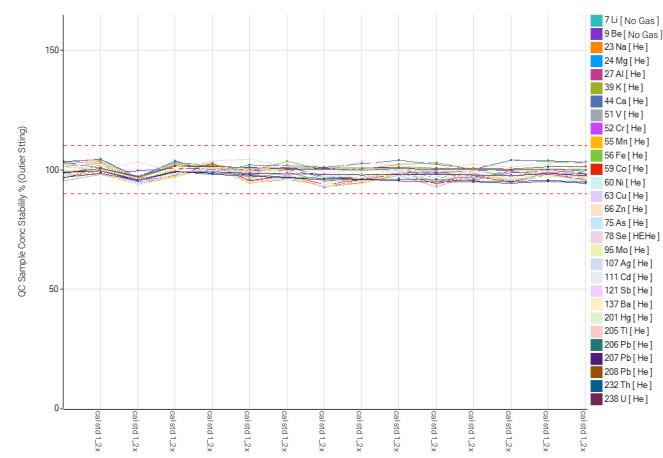


그림 5. 8시간 시퀀스에 걸친 CCV 회수율. 2배 희석된 검량 표준 용액을 CCV로 사용했습니다. 빨간색 점선은 $\pm 10\%$ 제어 한계를 나타냅니다.

ISTD 회수율은 재조정이나 재검량 없이 9시간 동안 모든 시료와 표준물질에서 측정되었습니다. 그림 6에 표시된 것처럼 모든 ISTD의 회수율은 전체 실행에서 $\pm 25\%$ 이내로 분석법의 견고성과 안정성이 입증되었습니다.

뛰어난 안정성 결과는 감도 손실 없이 고 매트릭스 시료를 포함한 환경 시료의 여러 원소를 일상적으로 분석하는 데 ADS 2를 장착한 7850 ICP-MS가 적합함을 보여줍니다.

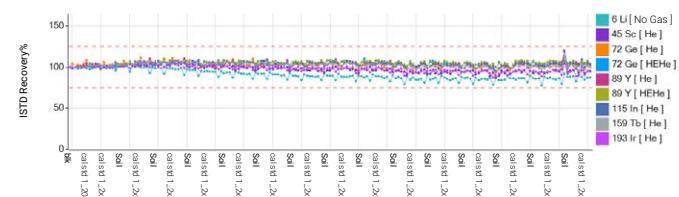


그림 6. 140개 시료의 ISTD 안정성. ISTD 회수율은 모든 시료에 대해 검량 블랭크로 정규화되었습니다. 빨간색 점선은 $\pm 25\%$ 제어 한계를 나타냅니다.

결론

Agilent Advanced Dilution 시스템(ADS 2)이 장착된 Agilent 7850 ICP-MS는 시간이 많이 걸리는 수작업을 자동화하여 물, 퇴적물 및 토양 분석을 간소화했습니다. 완전 통합된 자동 희석 시스템에서 단일 분석법을 사용하여 고 매트릭스 시료를 포함한 시퀀스의 시료를 분석했습니다.

7850 ICP-MS의 UHMI 에어로졸 희석 기술은 이러한 고 매트릭스 시료를 분석하는 동안 매트릭스 효과와 드리프트를 최소화하는데 필요한 강력한 플라즈마 조건을 제공했습니다. 헬륨 충돌 셀 모드는 모든 일반적인 매트릭스 유래 동중원소 간섭을 제거하는데 효과적인 것으로 입증되었으며, 복잡한 시료 매트릭스에서 정확한 결과를 제공했습니다. ADS 2는 다음과 같은 기능을 제공하여 ICP-MS 워크플로의 효율성을 향상시켰습니다.

- 검량 원액 표준물질 및 시료의 자동 희석.
- 더 넓은 검량 범위가 필요한 경우 두 개 이상의 원액 표준물질을 사용할 수 있지만 단일 원액 표준물질을 사용하여 기기를 자동 검량.
- 시료의 자동 및 규범적 희석. 일반적으로, 매트릭스 농도가 높은 시료는 측정 전에 희석하는 경우가 많습니다. 이 기능을 사용하면 수동 희석 작업을 건너뛸 수 있습니다.
- 원소가 검량 범위를 초과하는 경우 시료의 반응성 희석을 통해 분석 후 재작업 및 시료 배치의 반복 측정 필요성을 줄입니다.

ADS 2가 탑재된 7850 ICP-MS는 시료 처리 시간을 단축하고 시료당 비용을 낮추는 동시에 시간이 많이 소요되는 수작업을 없애 정량 결과의 품질을 향상시킵니다.

참고 문헌

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – 기술 개요, 애질런트 발행물, 5994-7211EN
2. Yamanaka, K., Wilbur, S., Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, 애질런트 발행물, [5991-5208EN](#)
3. Kubota, T., ICP-MS 및 개별 샘플링을 사용한 토양의 일상적 분석, 애질런트 발행물, [5994-2933KO](#)

관련 정보

Zou, A., Yamanaka, M., Intelligent Analysis of Wastewaters using an Agilent ICP-MS with Integrated Autodilutor, 애질런트 발행물, [5994-7113EN](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, 애질런트 발행물, [5994-7232EN](#)

소모품 목록

제품 유형	애질런트 부품 번호	설명
Bottle Kits	Sample Loop for AVS MS/ADS 2	1.50 mL 1.00 mm ID 1/pk
	5005-0435	Diluent/Carrier 6 L Bottle kit, includes a 6 L can, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve
	5005-0436	Diluent 2 L PFA bottle kit for ICP-MS, includes 2 L PFA bottle, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve
	5005-0437	Waste container kit, includes a 10 L waste can, S60 StaySafe cap, fittings, and acid vapor filter
ADS 2 Tubing Kits	AVS MS Tubing Kit	AVS MS preconfigured kit
	5005-0106	ADS 2 tubing kit, Valve C set-up, 2/pk
	5005-0107	ADS 2 tubing kit, Valve C - AVS MS Pump, 1/pk
	5005-0182	ADS 2 tubing kit, Valve C - AVS MS Valve, 1/pk
	5005-0102	ADS 2 tubing kit, Valve B set-up, 4/pk
	5005-0103	ADS 2 tubing kit, Valve A - Valve C, 1/pk
	5005-0105	ADS 2 tubing kit, Carrier/Diluent, 2/pk
	G8457-68004	ADS 2 tubing kit, Valve A - AVS MS Valve, 1/pk

www.agilent.com/chem/7850icp-ms

DE57832086

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 3월 19일, 한국에서 발행
5994-7114KO

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

