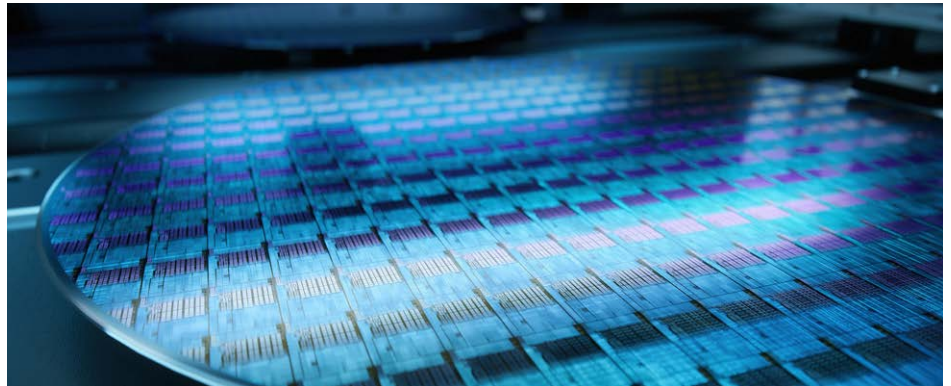


# 고순도 시약의 극미량 분석을 위한 m-렌즈 장착 Agilent 9500 ICP-QQQ 사용

ICP-QQQ 사전 설정 분석법을 사용하여 고온 플라즈마 조건에서 낮은 백그라운드 얻기



## 저자

Rentaro Yamashita  
 Agilent Technologies, Inc.

## 소개

반도체 시약 분석과 금속 기반 재료 특성 분석 모두에서 미량 금속 오염물질의 제어는 필수적입니다. 질산( $\text{HNO}_3$ ) 및 황산( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )과 같은 고순도 화학물질과 고순도 금속은 탁월한 견고성과 재현성을 유지하면서 ppt 미만의 검출 한계(DL)를 달성할 수 있는 분석 워크플로를 필요로 합니다. 이러한 요구 사항을 충족하기 위해 Agilent 9500 QQQ ICP-MS(ICP-QQQ)는 듀얼 셀 시스템(DCS)<sup>1</sup> 및 옵션 m-lens 이온 광학계를 장착하여 고온 플라즈마 조건에서도 낮은 백그라운드 노이즈와 안정적인 성능을 발휘하는 신뢰도 높은 플랫폼을 제공합니다.

m-렌즈는 고온 플라즈마 조건에서 일반적으로 높은 백그라운드 등가 농도(BEC)를 나타내는 Na 및 K와 같이 쉽게 이온화되는 원소를 포함한 여러 원소의 백그라운드 신호를 억제하도록 설계되었습니다. m-렌즈가 장착된 9500 ICP-QQQ는 견고한 성능과 낮은 백그라운드가 요구되는 금속 분해물과 기타 시료 유형의 분석에 적합합니다.<sup>2</sup> 하지만 이러한 이점은 매트릭스 함량이 낮고 순도가 높은 시약에도 적용되어 더 간단한 매트릭스에서 ppt 미만의 불순물 측정을 지원합니다.<sup>3</sup>

애질런트의 ICP-QQQ 포트폴리오의 사용자가 원하는 DL 및 작업 목표에 따라 기기를 선택할 수 있도록 합니다. 가능한 한 가장 낮은 DL을 원하는 실험실의 경우에 s-렌즈가 장착된 Agilent 8900 반도체 구성 ICP-QQQ는 탁월한 감도를 제공하여 극미량 정량 분석의 극한 영역에서 작업하는 실험실을 지원합니다. m-렌즈가 장착된 9500 ICP-QQQ는 견고하고 높은 감도의 측정을 제공하여 일상적인 미량 수준 측정에 이상적입니다. 이 모델은 모든 요소에 대해 가장 낮은 DL이 요구되지는 않지만 고품질의 재현 가능한 데이터가 필요한 실험실에 적합합니다.

본 연구에서는 저매트릭스, 고순도 시약에 특화된 분석법을 사용하여 9500 ICP-QQQ의 성능을 평가했습니다. 기기 소프트웨어에 구현된 초순수(UPW) 및 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>용 사전 설정 분석법을 사용하여(UPW 분석법은 희석된 HNO<sub>3</sub> 및 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>에도 적용 가능) 1% HNO<sub>3</sub>와 고순도 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 각각 분석했습니다. 두 매트릭스 모두에서 표적 분석물질에 대해 ppt 미만의 DL과 낮은 백그라운드 노이즈를 얻을 수 있었습니다. 이러한 결과는 m-렌즈가 장착된 9500 ICP-QQQ가 반도체급 시약의 극미량 불순물 분석뿐만 아니라 까다로운 금속 매트릭스 응용 분야에도 사용할 수 있음을 확인시켜 줍니다.

## 실험

### 시약, 시료 전처리 및 검량

Puric w II(Organo Corp, Japan)에서 생산한 UPW, Tama Chemicals(Japan)의 Tamapure-AA-10 등급 HNO<sub>3</sub> 및 Tamapure-AA-100 등급 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 시료 전처리에 사용했습니다. 다음과 같은 다원소 표준물질을 사용하여 검량 표준물질 및 첨가 용액을 제조했습니다.

XSTC-7, XSTC-8 및 XSTC-331(SPEX CertiPrep LLC, USA). 별도로 명시되지 않는 한, 본 연구에서 보고된 모든 농도는 w/w%로 표시됩니다. 분석에 앞서 HNO<sub>3</sub> 시료는 1%로, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 시료는 9.8%로 희석했습니다.

9500 ICP-QQQ는 매트릭스 일치 표준물질로 준비된 다중 포인트 외부 검량선을 사용하여 검량했습니다. 표준물질은 1% HNO<sub>3</sub>와 9.8% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 용액에 각각 0, 5, 10, 20, 30ng/kg(ppt) 농도로 제조했습니다. DL은 블랭크 신호 표준편차의 3배로 계산되었고, BEC는 평균 블랭크 신호를 검량선 기울기로 나누어 얻었습니다. 단일 블랭크 용액을 사용하여 5회 반복 실험을 수행했으며, 이러한 반복 측정값을 이용하여 DL과 BEC를 계산했습니다.

## 기기

옵션 사양인 m-렌즈와 Agilent I-AS 자동 시료 주입기가 장착된 Agilent 9500 ICP-QQQ는 Agilent OpenLab ICP-MS 소프트웨어 버전 1.1을 사용하여 완벽하게 제어했습니다. 극미량 금속 분석을 위해 설계된 시료 주입 시스템은 I-AS 프로브가 장착된 MicroFlow PFA 네블라이저(자체 흡입 모드로 작동), 온도 조절식 석영 스프레이 챔버, 내경 2.5mm 주입기가 있는 석영 토치로 구성되었습니다. m-렌즈에는 구리 받침대가 있는 백금 팁 샘플러 콘과 니켈 받침대가 있는 백금 팁 스키머 콘이 사용되었습니다.

9500 ICP-QQQ는 가스 없음, 고급 헬륨 모드(AHM), O<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> 및 H<sub>2</sub> 등 5가지 튜닝 모드를 사용하여 작동시켰습니다. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 시료의 경우, 최적의 성능을 보장하기 위해 백금(Pt)과 아연(Zn) 측정을 위한 추가적인 특수 튜닝이 준비되었습니다(표 1). 반응 가스와 충돌 가스를 사용함으로써 아르곤 플라즈마 성분 및 매트릭스 관련 다원자 이온에서 발생하는 스펙트럼 간섭을 효과적으로 제거할 수 있었습니다. 보조 가스 유량과 오메가 렌즈 전압 파라미터는 m-렌즈에 대해 미리 설정된 분석법을 통해 자동으로 최적화되어 약 1-3% 사이의 안정적인 CeO/Ce 비율을 유지했습니다.

표 1. Agilent 9500 ICP-QQQ 작동 파라미터.

파라미터	가스 미사용	가스 없음 (Pt)*	AHM	AHM (Zn)*	O <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub>
스캔 모드	Single Quad				MS/MS		
RF 전력(W)	1500						
Nebulizer Gas(L/분)	0.7						
보조 가스(L/분)	Autotuned						
Extract 1(V)	0						
Extract 2(V)	-80						
오메가 렌즈(V)	Autotuned						
Q1 Bias (V)	-5	6	-5		0		
He 가스 유량 (mL/분)	—	—	14		—	1	—
H <sub>2</sub> 가스 유량 (mL/분)	—	—	—	—	—	—	6
O <sub>2</sub> 가스 유량 (mL/분)	—	—	—	—	0.4	—	—
NH <sub>3</sub> 가스 유량** (mL/분)	—	—	—	—	—	3(30%)	—
KED(V)	5		-4.2	-3	-7		-2

\* H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 시료에만 적용됩니다. \*\* 10% NH<sub>3</sub>와 90% He가 균형을 이룹니다.

## 결과 및 토의

두 가지 산성 매트릭스(1% HNO<sub>3</sub> 및 9.8% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 모두에서 모든 표적 원소는 해당 검량 범위 전체에 걸쳐 상관 계수  $r > 0.99$ 를 나타내며 우수한 검량 선형성을 보였습니다. 대부분의 원소에 대해 두 매트릭스 모두에서 ppt 미만의 DL과 BEC가 얻어졌으며, 이는 고순도 시약에서 극미량 불순물을 제어하는 이 분석법의 높은 감도를 확인시켜 줍니다(표 2).

특히 주목할 만한 점은 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 내 Zn 측정 성능입니다. 이 측정은  $m/z$  64, 66, 68에서 나타나는 <sup>32</sup>S<sup>32</sup>S, <sup>32</sup>S<sup>34</sup>S 및 <sup>34</sup>S<sup>34</sup>S와 같은 매트릭스 관련 백그라운드 때문에 어려운 것으로 여겨지는 경우가 많습니다. AHM 모드에서 DCS 및 Zn 특정 튜닝 설정을 사용한 결과, 이 분석법은 0.64ppt의 DL과 0.89ppt의 BEC를 제공하여 고온 플라즈마 조건에서도 효과적인 백그라운드 억제와 강력한 간섭 제어 능력을 보여주었습니다.

## 결론

본 연구에서는 고순도 시약의 극미량 분석에서 1% HNO<sub>3</sub> 및 9.8% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>에 대한 사전 설정 분석법으로 m-렌즈 장착 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용했을 때 얻을 수 있는 성능을 평가했습니다. 모든 원소에 대해 ppt 미만 또는 한 자릿수 ppt 수준의 검출 한계와 낮은 백그라운드 등가 농도를 얻었으며, 이는 고온 플라즈마 조건에서 극미량 측정을 쉽게 수행할 수 있음을 보여줍니다. 이 듀얼 셀 시스템으로 매트릭스 관련 간섭을 효과적으로 제거할 수 있었으며 고급 헬륨 모드는 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 내 Zn와 같은 측정하기 어려운 원소를 측정하는 데 효과적인 방법을 제공했습니다. 그 결과, 직관적인 사전 설정 분석법과 함께 9500 ICP-QQQ를 사용하면 백그라운드가 적은 고감도 데이터를 확보할 수 있어 극미량 분석을 처음 접하는 실험실에 접근하기 쉬운 진입점을 제공합니다.

## 참고 자료

1. Sugiyama, N. Dual-Cell System (DCS) and Advanced Helium Mode (AHM), 애질런트 발행물, [5994-8985EN](#)
2. Yamashita, R. Analysis of High Purity Titanium Using an Agilent 9500 ICP-QQQ, 애질런트 발행물, [5994-9024EN](#)
3. Sakai, K.; Shimamura, Y. 고온 플라즈마 조건의 ICP-QQQ를 사용한 초순수 공정상 화학물질 분석, 애질런트 발행물, [5994-4025KO](#)

표 2. 각 분석물질에 대한 튜닝 모드, 측정된  $m/z$ , 계산된 DL 및 BEC. DL과 BEC는 동일한 블랭크 용액을 5회 반복 측정하여 얻었습니다( $n = 5$ ). 검출 가능한 신호가 없는 분석물질은 ND(검출되지 않음)로 보고됩니다.

분석물질	튜닝	Q1	Q2	1% HNO <sub>3</sub>		9.8% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
				DL (ppt)	BEC (ppt)	DL (ppt)	BEC (ppt)
Li	가스 미사용	—	7	0.05	< DL	0.05	< DL
B	가스 미사용	—	11	0.98	2.08	2.04	6.08
Na	NH <sub>3</sub>	23	23	0.16	0.17	0.19	1.42
Mg	NH <sub>3</sub>	24	24	0.02	< DL	0.08	< DL
Al	NH <sub>3</sub>	27	27	0.06	< DL	0.17	< DL
K	NH <sub>3</sub>	39	39	0.25	0.71	0.41	2.04
Ca	H <sub>2</sub>	40	40	0.04	0.06	0.16	0.20
Ti	O <sub>2</sub>	47	63	—	—	1.30	< DL
Ti	O <sub>2</sub>	48	64	0.02	< DL	—	—
V	AHM	—	51	ND	ND	—	—
V	NH <sub>3</sub>	51	51	—	—	0.08	< DL
Cr	NH <sub>3</sub>	52	52	0.06	0.06	0.14	0.24
Mn	AHM	—	55	0.04	< DL	0.12	< DL
Fe	NH <sub>3</sub>	56	56	0.33	0.49	0.41	1.13
Co	AHM	—	59	0.02	< DL	0.02	< DL
Ni	AHM	—	60	0.20	< DL	0.51	< DL
Cu	AHM	—	63	0.14	0.21	0.22	0.25
Zn	AHM	—	66	0.10	< DL	—	—
Zn	AHM (Zn)	—	68	—	—	0.64	0.89
As	O <sub>2</sub>	75	91	0.06	< DL	0.05	< DL
Sr	AHM	—	88	ND	ND	ND	ND
Mo	AHM	—	95	0.02	< DL	0.06	< DL
Cd	AHM	—	111	0.03	< DL	ND	ND
Sn	AHM	—	118	0.21	< DL	0.25	0.48
Sb	AHM	—	121	0.05	< DL	0.06	< DL
Ba	AHM	—	137	0.06	< DL	0.14	< DL
W	AHM	—	182	ND	ND	0.01	< DL
Pt	가스 미사용	—	195	0.15	2.52	—	—
Pt	가스 없음 (Pt)	—	195	—	—	0.13	0.34
Pb	AHM	—	208	0.03	0.03	0.10	0.26

## 이 응용 연구에 사용된 제품

### 애질런트 제품

제품 유형	설명	부품 번호
시료 주입 시스템	9500 ICP-MS quartz torch, 2.5 mm id for aqueous samples	<a href="#">M5150-67011</a>
	9500 ICP-MS quartz connector tube, straight	<a href="#">M5150-67014</a>
	9500 ICP-MS quartz spray chamber with straight exit port	<a href="#">M5150-67017</a>
	MicroFlow PFA nebulizer with I-AS probe, self-aspirates at 200 µL/min	<a href="#">G3139-65102</a>
인터페이스	ICP-MS sampler cone for 9500 ICP-MS, Pt tip with Cu base	<a href="#">M5150-67002</a>
	Skimmer cone, Pt tip with Ni base for m-lens	<a href="#">G8400-67073</a>
	Extraction-Omega lens assembly, m-lens, brass base	<a href="#">M5150-67023</a>
튜브 키트	Easy-fit peristaltic pump tubing, beige thermoplastic, yellow/blue, 1.52 mm id for drain	<a href="#">5005-0022</a>
용기 키트	Waste container kit, includes a 10 L waste can, S60 StaySafe cap, fittings, and acid vapor filter	<a href="#">5005-0437</a>

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

DE-013695

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2026  
2026년 4월 9일, 한국에서 발행  
5994-9062KO

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)

