

혁신적인 셀 탑재 ICP-MS를 사용한 토양 및 퇴적물의 빠르고 신뢰성 높은 분석

Agilent 9500 ICP-QQQ 및 듀얼 셀 시스템을 사용한 높은 처리량과 낮은 검출 한계



저자

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

소개

ICP-MS 기기는 처음 상용화된 이후부터, 높은 감도와 다원소 분석 기능으로 인해 토양 및 퇴적물 내 미량 원소 정량에 적합한 기술로 자리잡았으며, 특히 환경 모니터링 및 규제 준수 분야에서 널리 활용되어 왔습니다. 실험실이 이러한 중요한 환경 응용 분야에서 ICP-MS로 전환할 수 있도록 지원하기 위해, 미국환경보호청(EPA)은 2007년에 성능 기반 시험법인 Method 6020을 처음 도입했으며, 이후 2014년에 Method 6020B로 개정했습니다.¹ Method 6020B는 현재까지도 ICP-MS를 사용하여 비소(As), 카드뮴(Cd), 수은(Hg), 셀레늄(Se), 납(Pb)을 포함한 다양한 원소를 고형 및 수계 폐기물에서 정량 측정하는 데 전 세계적으로 널리 사용되고 있습니다.

전통적으로는 충돌/반응 셀(CRC)이 장착된 Single Quadrupole ICP-MS(SQ ICP-MS) 기기가 Method 6020B의 시료 분석 요구 사항을 충족하는 데 사용되어 왔습니다. 실험실에서는 일반적으로 간섭 제어를 위해 여러 데이터 수집 전략을 조합하여 사용해 왔으며, 여기에는 간섭이 없는 분석물질 및 낮은 원자량 분석물질을 위한 No Gas 모드, 다원자 이온 간섭의 영향을 받는 분석물질을 위한 헬륨(He) 충돌 모드, 그리고 2가 전하 이온(M²⁺) 간섭 보정을 위한 Half-Mass 모드가 포함됩니다. 이러한 멀티 모드 접근 방식은 오랜 기간 동안 실험실이 Method 6020B의 성능 및 품질 관리(QC) 기준을 충족할 수 있도록 지원해 왔습니다.

이제 처음으로, 듀얼 셀 시스템(DCS) 셀을 탑재한 Agilent 9500 Triple Quadrupole ICP-MS는 고성능 헬륨 모드(AHM)와 에어 셀 모드라는 두 가지 혁신적인 셀 가스 모드를 제공합니다.^{2,3} 이러한 모드는 간섭 제거 방식을 단순화하고, 분석 성능을 향상시키며, 분석 시간을 단축합니다.

- AHM
 - 전체 질량 범위에 걸쳐 견고한 간섭 제거 성능을 제공하면서 낮은 원자량 분석물질에 대한 감도를 크게 향상시킵니다.
 - 단일 가스 모드로 No Gas, 일반 He 및 고에너지(HE) He 모드를 대체하여 여러 가스 모드의 필요성을 제거합니다.
- 에어 셀 모드
 - 주변 공기의 산소(O₂)를 반응성 셀 가스로 사용하여 일부 분석물질의 검출 한계(DL)를 향상시킵니다.
 - He 충돌 모드에서 해결이 어려운 M²⁺를 포함한 간섭을 효과적으로 제거합니다.
 - O₂ 가스 실린더가 필요하지 않아 운영 비용을 절감하고 워크플로를 단순화합니다.

본 연구에서는 높은 처리량의 환경 시험실에서 일상적으로 분석하는 시료 유형을 대표하기 위해 다양한 환경 인증 표준물질(CRM)을 선택했습니다. 이러한 실험실은 경쟁력 유지를 위해 운영 전반에서 생산성을 중요하게 고려하므로, 9500 ICP-QQQ 구성 및 분석법은 시료 처리량 극대화를 목표로 최적화되었습니다. Method 6020B에 명시된 기준에 따라 분석법의 효과성을 평가했습니다.

실험

기기

모든 측정은 Ultra High Matrix Introduction(UHMI), 니켈(Ni) 인터페이스 콘 및 고유한 DCS 셀을 표준 구성 요소로 포함하는 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 수행했습니다. 9500 및 DCS의 설계 특징과 기능은 다른 자료에 설명되어 있습니다.^{2,3}

9500에는 생산성 향상을 위해 옵션 사양인 애질런트 고성능 밸브 시스템(AVS MS) 디스크리트 샘플러도 장착했습니다. 고속 피스톤 펌프를 사용하는 AVS MS는 Agilent SPS 4 및 SPS 6 자동 시료 주입기와 원활하게 통합되어 시료를 공급하며, 이를 통해 대부분의 환경 실험실에서 요구되는 높은 시료 처리량을 구현합니다. UHMI는 에어로졸 희석을 사용하여 9500의 높은 매트릭스 내성을 보장합니다. 또한 AVS MS는 각 측정 중 기기가 시료에 노출되는 시간을 최소화함으로써, 고매트릭스 시료의 대량 배치 분석에서 견고성을 더욱 향상시킵니다.

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. 표 1에 나열된 모든 플라스마 파라미터는 UHMI-4를 선택하여 자동으로 불러왔습니다.

표 1. Agilent 9500 ICP-QQQ 작동 파라미터.

	고성능 헬륨 모드(AHM)	에어 셀 모드
플라스마 모드	UHMI-4	
RF 전력(W)	1600	
샘플링 깊이(mm)	12	
네블라이저 가스(L/분)	0.94	
희석 가스(L/분)	0.16	
Extract 1(V)	-11.2	
Extract 2(V)	-300	
오메가 바이어스	-200	
오메가 렌즈	-5.0	
셀 가스 유속(mL/분)	14	0.4
전방 에너지 판별(V)	10	-1

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) 1% 질산(HNO₃) 및 0.5% 염산(HCl) 용액을 블랭크, 희석액 및 린스액으로 사용했습니다. 대부분의 원소에 대해 검량 표준, 스파이크 및 연속 검량 검증(CCV) 용액을 애질런트 다원소 환경 검량 표준물질로부터 준비했으며, 초기 검량 검증(ICV) 용액은 애질런트 혼합 다원소 ICV 표준물질로부터 준비했습니다. Li, Al, Mn, Zn, Sr 및 Hg용 검량 표준물질은 1000ppm 단일 원소 스톡 용액(Kanto Chemical Co., Inc.)을 사용하여 준비했습니다. Sc, Ge, Rh, In, Tb 및 Lu로 구성된 혼합 내부 표준(ISTD)은 1000ppm 단일 원소 스톡 용액(Kanto Chemical Co., Inc.)으로부터 준비했습니다.

표준물질 및 시료 전처리

모든 표준물질과 시료는 1% HNO₃ 및 0.5% HCl의 산 매트릭스에서 준비했습니다. 안티모니(Sb)와 수은(Hg) 같은 원소의 안정성을 보장하기 위해 ICP-MS 분석용 시료에는 일반적으로 HCl을 첨가합니다. AHM 충돌 셀 모드에서 작동하는 Agilent 9500 ICP-QQQ는 추가된 염화물 매트릭스로부터 생성될 수 있는 모든 CI 기반 간섭을 제거합니다.

검량 블랭크를 포함한 6점 검량은 그림 1에 제시된 농도 범위에서 준비했습니다. "무기 원소"라는 용어는 Na, Mg, Al, K, Ca, Mn, Fe 및 Zn를 의미합니다.

분석 중 QC용으로는 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 1% HNO₃ 및 0.5% HCl 산 매트릭스를 사용하여 10배 희석했습니다. 1ppm 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 1/15 수준으로 설정했습니다.

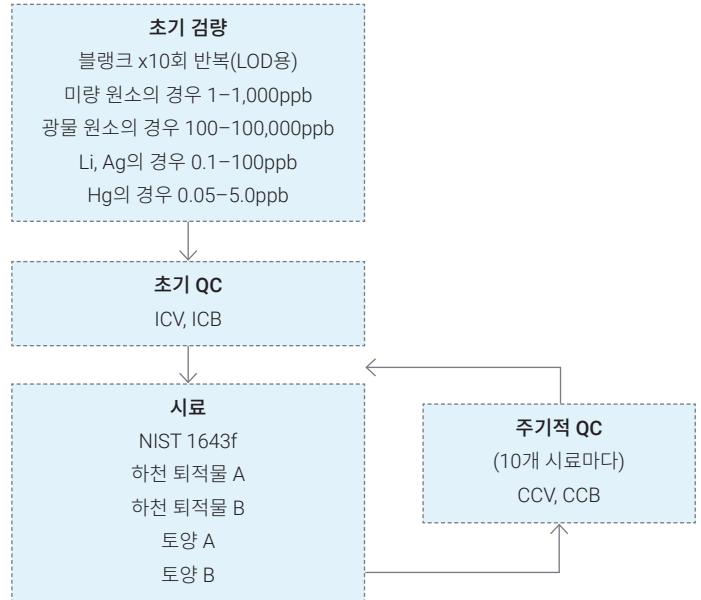


그림 1. 검량용액, QC 용액 및 시료의 분석 순서 시료 블록은 Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용하여 반복 분석했으며, 10개 시료마다 주기적 QC 블록이 자동으로 삽입되었습니다.

결과 및 토의

검출 한계(LOD)

AHM에서 작동하는 Agilent 9500 ICP-QQQ로 28종의 모든 분석물질을 측정했으며, 선택된 원소(K, Ca, V, 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(표 3).

AHM에서 9500 ICP-QQQ의 DCS를 운용함으로써, 전통적으로 No Gas 모드에서 분석하던 Li 및 Be와 같은 낮은 원자량 원소에 대해 낮은 수준의 LOD를 달성했습니다. 또한 AHM은 일반 He 모드 대비 약 열배 더 낮은 Se LOD를 제공했으며, 적분 시간도 더 짧았습니다(3초에서 1초로 감소).

에어 셀 모드에서 9500 ICP-QQQ DCS를 운용하면 K 백그라운드 감소하여, AHM의 0.97µg/L 대비 0.029µg/L의 향상된 LOD가 달성되었습니다. V, As 및 Se와 같이 O₂와 높은 반응성을 나타내는 원소의 경우, 에어 셀 모드는 산소 기반 mass-shift 반응(예: As⁺ → AsO⁺)을 활용하여 일반 He 모드 대비 향상된 감도와 낮은 백그라운드를 제공합니다. Ca는 DCS의 M²⁺ 제거 성능(⁴⁴Ca⁺에 대한 ⁸⁸Sr²⁺ 간섭 제거)을 입증하기 위해 에어 셀 모드에서 측정했습니다.

미량 분석물질의 LOD는 대부분 낮은 ng/L(ppt) 범위였으며, 이는 복잡한 환경 시료의 극미량 분석에 대한 9500 ICP-QQQ의 높은 감도를 입증합니다.

표 3. 블랭크에서의 분석물질 적분 시간 및 LOD.

분석물질	DCS 셀 모드	적분 시간(초)	LOD (µg/L)
7 Li	AHM	0.3	0.0013
9 Be	AHM	0.3	0.0006
23 Na	AHM	0.1	0.096
24 Mg	AHM	0.1	0.020
27 Al	AHM	0.3	0.024
39 K	AHM	0.1	0.970
39 -> 39 K	Air	0.1	0.029
44 Ca	AHM	0.1	0.260
44 -> 60 Ca	Air	0.1	0.410
51V	AHM	0.3	0.0014
51 -> 67 V	Air	0.3	0.0004
52 Cr	AHM	0.3	0.0035
55 Mn	AHM	0.1	0.0051
56 Fe	AHM	0.1	0.011
59 Co	AHM	0.3	0.0003
60 Ni	AHM	0.3	0.0025
63 Cu	AHM	0.3	0.0040
66 Zn	AHM	0.1	0.0044
75 As	AHM	1	0.0006
75 -> 91 As	Air	1	0.0004
78 Se	AHM	1	0.0057
78 -> 94 Se	Air	1	0.0068
88 Sr	AHM	0.3	0.0028
95 Mo	AHM	0.3	0.0009
107 Ag	AHM	0.3	0.0002
111 Cd	AHM	0.3	0.0003
121 Sb	AHM	0.3	0.0049
137 Ba	AHM	0.3	0.0004
201 Hg	AHM	1	0.0001
205 Tl	AHM	0.3	0.00004
Pb*	AHM	0.3	0.0005
232 Th	AHM	0.3	0.00004
238 U	AHM	0.3	0.00002

*납 동위원소 206+207+208의 합으로 보고함.

ICV

Method 6020B에서 권장하는 ICV 관리 한계는 실제값 대비 ±10%입니다. 모든 분석물질은 이러한 관리 한계 내에서 측정되었습니다 (표 4). ICV 용액에는 1000µg/L Sr이 포함되어 있었으며, 이로 인해 Ca에 대한 Sr²⁺ 간섭이 발생하여 AHM에서 높은 회수율이 나타났습니다. 그러나 에어 셀 모드에서는 O₂를 이용한 mass-shift 반응을 통해 Sr²⁺ 간섭이 효과적으로 제거되었으며, 그 결과 93.9%의 회수율을 얻었습니다.

장기 안정성

9500 ICP-QQQ의 견고성을 입증하기 위해, 180개 시료와 38개 QC 용액을 약 8시간 동안 분석했습니다.

그림 2은 전체 8시간 시퀀스 동안 검량 블랭크에 대해 정규화된 원시 ISTD 응답의 회수율(%)을 보여줍니다. 모든 시료는 >70% 기준을 충족했으며, 드리프트는 최소 수준이었습니다. 회수율 데이터는 매트릭스 내성이 높은 9500의 견고한 플라즈마가 8시간 동안 매트릭스 침적을 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. 이러한 결과들로부터 UHMI를 사용하는 9500 ICP-QQQ가 장기적 견고성 및 높은 매트릭스 내성을 제공한다는 사실을 알 수 있습니다.

표 4. ICV 회수율.

분석물질	DCS 셀 모드	ICV		
		측정 농도 (µg/L)	실제 농도 (µg/L)	회수율 (%)
7 Li	AHM	9.84	10	98
9 Be	AHM	102	100	102
23 Na	AHM	10,000	10,000	100
24 Mg	AHM	9,900	10,000	99
27 Al	AHM	9,520	10,000	95
39%	AHM	10,200	10,000	102
39 -> 39 K	Air	10,100	10,000	101
44 Ca	AHM	12,600	10,000	126
44 -> 60 Ca	Air	9,390	10,000	94
51 V	AHM	96.7	100	97
51 -> 67 V	Air	98.7	100	99
52 Cr	AHM	97.8	100	98
55 Mn	AHM	9,570	10,000	96
56 Fe	AHM	9,940	10,000	99
59 Co	AHM	99.5	100	100
60 Ni	AHM	99.6	100	100
63 Cu	AHM	103	100	103
66 Zn	AHM	9,830	10,000	98
75 As	AHM	98.0	100	98
75 -> 91 As	Air	98.0	100	98
78 Se	AHM	98.7	100	99
78 -> 94 Se	Air	99.2	100	99
88 Sr	AHM	988	1,000	99
95 Mo	AHM	93.7	100	94
107 Ag	AHM	99.4	100	99
111 Cd	AHM	99.7	100	100
121 Sb	AHM	96.4	100	96
137 Ba	AHM	99.1	100	99
201 Hg	AHM	0.524	0.5	105
205 Tl	AHM	106	100	106
*Pb	AHM	104	100	104
232 Th	AHM	99.4	100	99
238 U	AHM	101	100	101

*납 동위원소 206+207+208의 합으로 보고함.

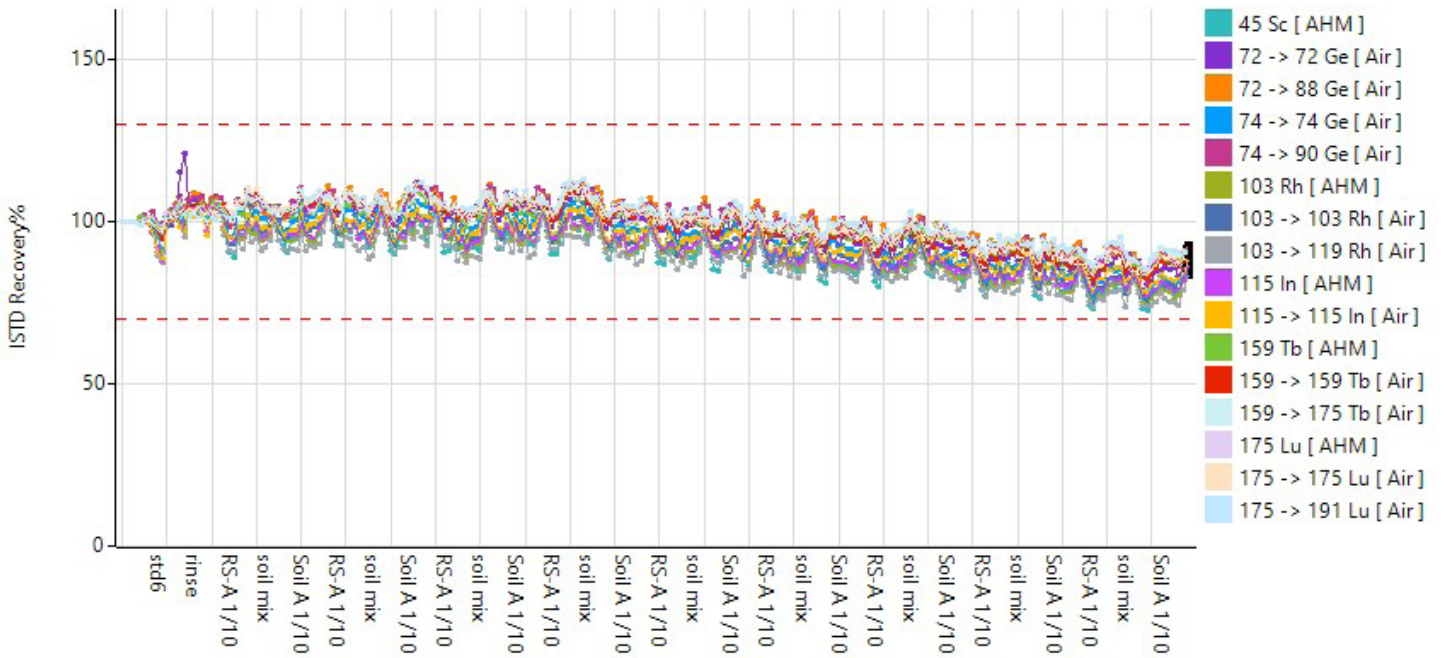


그림 2. Agilent 9500 ICP-QQQ를 사용한 약 8시간 동안의 180개 시료 분석 중 ISTD 안정성. ISTD 화수율은 모든 시료에 대한 검량 바탕용액으로 정규화됩니다. 공간이 부족하여 일부 시료명은 표시되지 않았습니다.

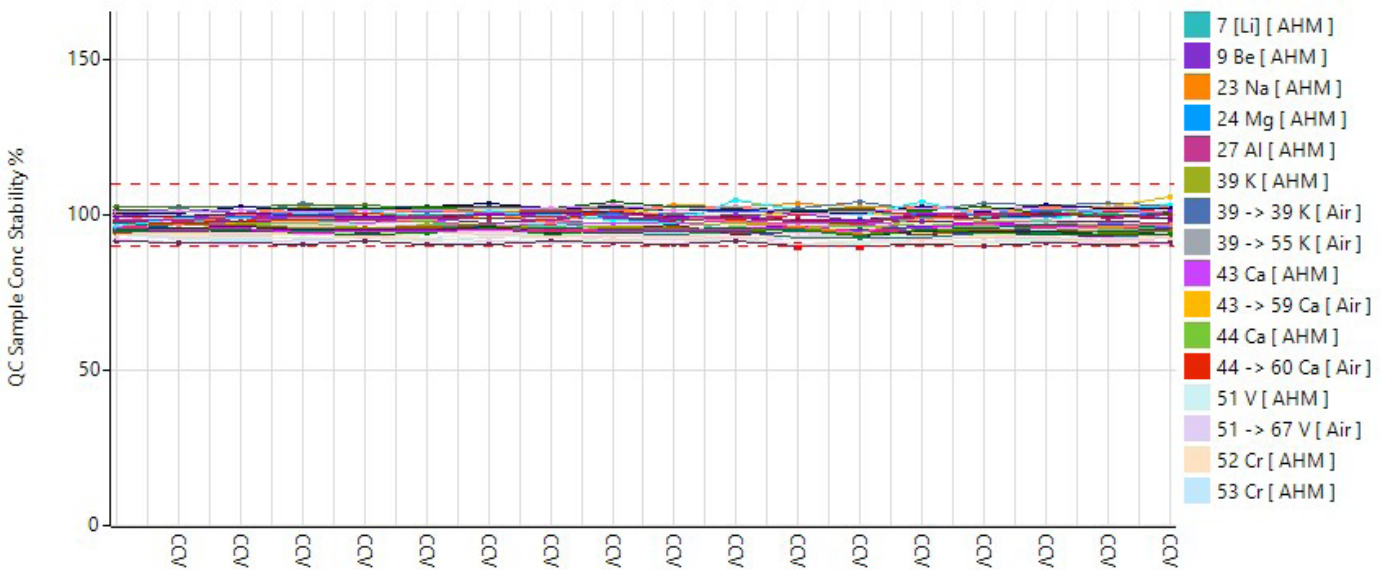


그림 3. Agilent 9500 ICP-MS를 사용하여 측정된 18개의 CCV 안정성.

CRM의 정확한 분석

시퀀스를 진행하는 동안 5개의 CRM을 각각 18회 분석했고, 평균 농도 및 회수율을 각 분석물질에 대해 계산했습니다(표 5). 수백 mg/L(ppm) 수준의 주요 원소와 10µg/L(ppb) 수준의 미량 원소를 포함한 대부분의 인증 원소는 ±10% 이내로 회수되었습니다. 모든 분석물질이 모든 표준물질에서 인증값을 갖는 것은 아니므로, 표

5의 빈 셀은 인증값이 없음을 나타냅니다. 하천 퇴적물 A의 Co와 관련하여, 스파이크 회수율 테스트에서는 우수한 회수율(20µg/L 스파이크에 대한 회수율 94.6%)이 확인되었으며, 이는 해당 CRM이 오염되었을 가능성을 시사합니다.

표 5. CRM의 인증값 회수율. 농도 단위 µg/L.

n=18	분석물질	DCS 셀 모드	NIST 1643f			HPS 하천 퇴적물 A		
			평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)	평균 농도 (µg/L)	예상 농도 (µg/L)	회수율 (%)
7 Li	AHM	15.4 ± 0.178	16.6	93	0.267 ± 0.172	-	-	
9 Be	AHM	12.9 ± 0.159	14	94	0.346 ± 0.235	-	-	
23 Na	AHM	18,900 ± 198	18,830	100	51,500 ± 753	50,000	103	
24 Mg	AHM	7,320 ± 70.9	7,454	98	70,600 ± 881	70,000	101	
27 Al	AHM	121 ± 16.5	134	90	257,000 ± 2,700	250,000	103	
39%	AHM	1,840 ± 12.9	1,933	95	143,000 ± 1,100	150,000	96	
39 -> 39 K	Air	2,000 ± 25.0	1,933	104	151,000 ± 2,770	150,000	101	
44 Ca	AHM	29,200 ± 219	29,430	99	282,000 ± 3,030	300,000	94	
44 -> 60 Ca	Air	29,100 ± 473	29,430	99	311,000 ± 6,680	300,000	104	
51 V	AHM	33.7 ± 0.274	36	93	232 ± 2.04	250	93	
51 -> 67 V	Air	33.7 ± 0.435	36	93	226 ± 3.86	250	90	
52 Cr	AHM	17.4 ± 1.41	19	94	286,000 ± 2,440	300,000	95	
55 Mn	AHM	34.3 ± 1.70	37	92	7,440 ± 72.7	8,000	93	
56 Fe	AHM	80.3 ± 12.6	93	86	1,180,000 ± 10,900	1,200,000	98	
59 Co	AHM	24.0 ± 0.259	25	95	118 ± 1.61	100	118	
60 Ni	AHM	55.5 ± 0.667	60	93	497 ± 7.97	500	99	
63 Cu	AHM	20.7 ± 0.336	22	95	964 ± 14.9	1,000	96	
66 Zn	AHM	70.3 ± 1.22	74	94	14,100 ± 135	15,000	94	
75 As	AHM	52.8 ± 0.417	57	92	536 ± 6.80	600	89	
75 -> 91 As	Air	53.5 ± 0.625	57	93	543 ± 6.28	600	91	
78 Se	AHM	10.8 ± 0.146	12	92	18.3 ± 0.568	20	92	
78 -> 94 Se	Air	10.9 ± 0.182	12	93	18.3 ± 1.37	20	92	
88 Sr	AHM	304 ± 1.94	314	97	2.77 ± 1.65	-	-	
95 Mo	AHM	104 ± 0.532	115	90	1.87 ± 0.707	-	-	
107 Ag	AHM	0.913 ± 0.062	1.0	94	0.668 ± 0.448	-	-	
111 Cd	AHM	5.42 ± 0.081	6.0	92	95.0 ± 1.37	100	91	
121 Sb	AHM	50.0 ± 0.475	55	90	448 ± 4.17	0	-	
137 Ba	AHM	477 ± 3.14	518	92	457 ± 4.27	500	91	
201 Hg	AHM	0.004 ± 0.001	-	-	0.0371 ± 0.0094	-	-	
205 Tl	AHM	6.71 ± 0.079	-	-	9.51 ± 0.0720	10	95	
*Pb	AHM	18.6 ± 0.327	18	101	6,950 ± 39.5	7,000	99	
232 Th	AHM	0.006 ± 0.006	-	-	18.6 ± 0.113	20	93	
238 U	AHM	0.010 ± 0.008	-	-	9.50 ± 0.0972	10	95	

*납 동위원소 206+207+208의 합으로 보고함.

표 5 계속. CRM의 인종값 회수율. 농도 단위 µg/L.

n=18	DCS 셀 모드	HPS 하천 퇴적물 B			HPS 토양 A			HPS 토양 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	1.11 ± 0.196	-	-	0.608 ± 0.135	-	-	0.617 ± 0.146	-	-
9 Be	AHM	0.270 ± 0.172	-	-	0.304 ± 0.188	-	-	0.256 ± 0.161	-	-
23 Na	AHM	50,600 ± 510	5,000	101	70,500 ± 658	70,000	101	100,000 ± 855	100,000	100
24 Mg	AHM	121,000 ± 737	12,000	101	70,900 ± 508	70,000	101	81,200 ± 506	80,000	101
27 Al	AHM	633,000 ± 3,610	60,000	105	526,000 ± 3,360	500,000	105	731,000 ± 4,720	700,000	104
39%	AHM	189,000 ± 1,170	20,000	94	186,000 ± 1,670	200,000	93	195,000 ± 2,010	210,000	93
39 -> 39 K	Air	199,000 ± 3,360	20,000	100	202,000 ± 1,810	200,000	101	207,000 ± 2,370	210,000	99
44 Ca	AHM	286,000 ± 2,730	30,000	95	336,000 ± 1,750	350,000	96	115,000 ± 471	125,000	92
44 -> 60 Ca	Air	298,000 ± 5,070	30,000	99	353,000 ± 8,550	350,000	101	128,000 ± 3,110	125,000	103
51 V	AHM	997 ± 6.85	100	100	91.9 ± 0.710	100	92	726 ± 5.37	800	91
51 -> 67 V	Air	966 ± 15.3	100	100	91.6 ± 1.06	100	92	720 ± 11.2	800	90
52 Cr	AHM	13,800 ± 170	1,500	92	1.04 ± 0.814	-	-	364 ± 6.78	400	91
55 Mn	AHM	5,470 ± 55.0	600	91	103 ± 42.3	100	103	90,100 ± 661	100,000	90
56 Fe	AHM	373,000 ± 2,960	40,000	93	187,000 ± 1,540	200,000	93	326,000 ± 2,990	350,000	93
59 Co	AHM	141 ± 2.22	15	94	2.54 ± 0.149	-	-	95.5 ± 1.35	100	95
60 Ni	AHM	480 ± 7.65	50	96	273 ± 3.17	300	91	180 ± 2.98	200	90
63 Cu	AHM	925 ± 15.4	100	92	284 ± 4.34	300	94	2,840 ± 31.8	3,000	94
66 Zn	AHM	4,530 ± 77.2	500	91	962 ± 38.3	1,000	96	63,800 ± 662	70,000	91
75 As	AHM	196 ± 2.56	20	98	182 ± 2.28	200	91	5,300 ± 75.2	6,000	88
75 -> 91 As	Air	194 ± 1.64	20	98	184 ± 1.42	200	92	5,420 ± 57.7	6,000	90
78 Se	AHM	10.1 ± 0.418	1.0	101	9.18 ± 0.355	10	92	1.49 ± 0.166	-	-
78 -> 94 Se	Air	9.50 ± 0.583	1.0	95	9.06 ± 0.557	10	91	1.50 ± 0.300	-	-
88 Sr	AHM	3.30 ± 0.117	-	-	3.37 ± 0.0832	-	-	1.35 ± 0.0555	-	-
95 Mo	AHM	4.10 ± 0.158	-	-	0.379 ± 0.100	-	-	1.10 ± 0.105	-	-
107 Ag	AHM	0.300 ± 0.115	-	-	0.551 ± 0.225	-	-	0.266 ± 0.156	-	-
111 Cd	AHM	28.4 ± 0.323	3.0	91	3.17 ± 0.0855	3	96	191 ± 2.61	200	92
121 Sb	AHM	36.7 ± 0.377	4.0	92	29.5 ± 0.209	30	98	362 ± 3.02	400	91
137 Ba	AHM	3,690 ± 27.8	400	92	4,630 ± 37.2	5,000	93	6,440 ± 52.1	7,000	92
201 Hg	AHM	0.033 ± 0.008	-	-	0.0280 ± 0.00870	-	-	0.0470 ± 0.0148	-	-
205 Tl	AHM	9.50 ± 0.103	1.0	95	0.0640 ± 0.0204	-	-	0.491 ± 0.0432	-	-
*Pb	AHM	1,930 ± 14.9	200	97	389 ± 3.65	400	97	58,600 ± 269	60,000	98
232 Th	AHM	92.8 ± 0.636	10	93	94.0 ± 0.666	100	94	95.3 ± 0.543	100	95
238 U	AHM	27.7 ± 0.231	3.0	92	9.43 ± 0.124	10	94	235 ± 3.33	250	94

*납 동위원소 206+207+208의 합으로 보고함.

매트릭스 스파이크 회수율

10배 희석된 토양 A에 대한 매트릭스 스파이크(MS), 매트릭스 스파이크 반복(MSD) 및 상대 퍼센트 차이(RPD) 결과가 표 6에 나와 있습니다. 토양 A에는 Na, Mg, Al, K, Ca, Fe 및 Ba가 100µg/L 스파이크 양보다 더 높은 농도로 포함되어 있으므로 이러한 원소에 대한 스파이크 회수율은 제공되지 않습니다. 그러나 표 5의 토양 A에 대한 CRM 회수율 결과는 이러한 모든 주 원소를 우수한 정확도로 분석할 수 있음을 보여줍니다. 다른 원소들의 회수율은 일반적으로 스파이크 수준 대비 ±10% 범위 내에 있었으며, MS와 MSD 간 RPD는 3.5% 미만으로 나타나 분석법의 정확성을 입증했습니다.

표 6. 10배 희석된 토양 A CRM에 대한 매트릭스 스파이크(MS)/매트릭스 스파이크 반복(MSD)의 스파이킹 농도 회수율 및 상대 퍼센트 차이(RPD).

분석물질	DCS 모드	토양 A 측정 농도 (µg/L)	토양 A MS 측정 농도 (µg/L)	토양 A MSD 측정 농도 (µg/L)	토양 A MSD 회수율(%)	RPD MS/MSD (%)
7 Li	AHM	0.061	9.650	9.710	96	0.6
9 Be	AHM	0.030	18.900	19.000	95	0.6
51V	AHM	9.19	28.8	28.7	98	0.1
51 -> 67 V	Air	9.16	29.1	29.2	100	0.6
52 Cr	AHM	0.104	19.3	19.3	96	0.3
55 Mn	AHM	13.3	9270	9440	94	1.8
59 Co	AHM	0.254	19.4	19.3	95	0.9
60 Ni	AHM	27.3	47.8	47.5	101	0.6
63 Cu	AHM	28.4	49.7	49.6	106	0.3
66 Zn	AHM	96.2	9590	9560	95	0.3
75 As	AHM	18.2	38.6	38.3	100	0.9
75 -> 91 As	Air	18.4	38.7	38.5	100	0.4
78 Se	AHM	0.918	20.0	19.8	94	1.1
78 -> 94 Se	Air	0.906	20.1	19.5	93	3.1
88 Sr	AHM	0.337	10.1	9.92	96	2.2
95 Mo	AHM	0.038	18.7	18.6	93	0.8
107 Ag	AHM	0.055	19.1	19.0	95	0.3
111 Cd	AHM	0.289	19.5	19.5	96	0.1
121 Sb	AHM	2.95	22.3	22.4	97	0.6
201 Hg	AHM	0.003	0.483	0.481	96	0.3
205 Tl	AHM	0.006	19.8	19.8	99	0.1
*Pb	AHM	38.9	60.5	60.7	109	0.4
232 Th	AHM	9.40	29.4	29.9	103	1.7
238 U	AHM	0.943	20.3	20.4	97	0.5

*납 동위원소 206+207+208의 합으로 보고함.

M²⁺ 매트릭스에서 Ca, As 및 Se 측정

충분히 높은 농도로 존재하는 경우, 두 번째 이온화 에너지가 낮은 원소는 M²⁺ 이온을 형성할 수 있으며, 이는 자신의 절반 질량에 해당하는 분석물질에 간섭을 일으킬 수 있습니다(예: ⁴⁴Ca⁺에 대한 ⁸⁸Sr²⁺, ⁷⁵As⁺에 대한 ¹⁵⁰Nd²⁺ 및 ¹⁵⁰Sm²⁺, ⁷⁸Se⁺에 대한 ¹⁵⁶Gd²⁺ 및 ¹⁵⁶Dy²⁺). 그러나 에어 셀 모드에서 DCS를 운용하면 O₂ mass-shift 반응을 통해 분석물질 이온에 대한 M²⁺ 백그라운드를 최소화할 수 있습니다.⁴ 표 7은 M²⁺ 간섭물질을 첨가하지 않은 경우와 첨가한 경우에 대한 Ca, As 및 Se의 회수율 결과를 보여줍니다. DCS를 AHM으로 운용했을 때는 M²⁺ 간섭으로 인해 세 분석물질 모두 높은 회수율이 관찰된 반면, 에어 셀 모드에서는 100 ± 10% 범위의 우수한 회수율을 달성했습니다.

표 7. M²⁺ 간섭물질 유무에 따른 10배 희석 토양 A에서의 Ca, As 및 Se 회수율.

분석물질 [DCS 모드]	토양 A 인종값 (µg/L)	토양 A (간섭 없음) 회수율(%)	M ²⁺ 간섭물질	M ²⁺ 간섭물질 농도 (µg/L)	토양 A (간섭물질 발생) 회수율(%)
44 Ca [AHM]	35,000	94	Sr	10,000	198
44 -> 60 Ca [Air]		98			107
75 As [AHM]	20	95	Nd 및 Sm	400 (각각)	132
75 -> 91 As [Air]		94			94
78 Se [AHM]	1.0	92	Gd 및 Dy	20 (각각)	288
78 -> 94 Se [Air]		105			100

결론

본 연구는 고유한 듀얼 셀 시스템(DCS)과 옵션 사양인 AVS MS 디스크리트 샘플링 시스템이 장착된 Agilent 9500 ICP-QQQ가 토양 및 퇴적물 시료의 고처리량 다원소 분석에 이상적임을 보여주었습니다.

Agilent OpenLab ICP-MS 소프트웨어에서 EPA 6020B 사전 설정 분석법 및 UHMI-4 플라즈마 조건을 선택함으로써 기기 작동 파라미터를 신속하게 설정할 수 있었으며, 이를 통해 작업자 간에 일관된 성능이 보장됩니다.

기기의 매트릭스 내성 플라즈마(낮은 CeO/Ce 비율), UHMI 및 DCS는 신호 드리프트, 이온 억제 및 스펙트럼 간섭을 포함한 고매트릭스 시료 분석의 문제를 효과적으로 해결하여 최적화된 분석 워크플로를 제공했습니다.

DCS를 고성능 헬륨 모드(AHM) 및 에어 셀 모드로 운용하고 짧은 적분 시간을 사용함으로써 분석법의 생산성이 향상되었으며, 시료당 5-10초의 시간을 줄일 수 있었습니다. AHM은 기존의 No Gas, 헬륨(He) 충돌 및 고에너지 He(HEHe) 모드를 단일 모드로

대체하며, 에어 셀 모드는 실험실 내 산소를 사용하므로 가스 실린더가 필요하지 않습니다. 9500은 AHM 및 에어 셀 모드에서도 매우 높은 감도를 유지하여 백그라운드 신호를 최소화합니다.

전반적으로, DCS가 적용된 9500 ICP-QQQ는 우수한 분석 데이터를 달성했습니다.

- 대부분의 분석물질에 대해 낮은 ng/L(ppb) 범위의 낮은 검출 한계.
- 에어 셀 모드를 사용하여 토양 시료 내 Sr 및 희토류 원소(REE)에 의해 생성되는 Ca, As 및 Se에 대한 M²⁺ 간섭 제거.
- 다섯 가지 환경 CRM 또는 매트릭스 스파이크 시료에서 모든 인증 원소에 대해 100 ± 10% 범위 내 회수율을 달성하여, AHM 및 에어 셀 모드를 통한 효과적인 간섭 제어 입증.
- ISTD 및 CCV 회수율이 EPA Method 6020에 명시된 한계 내에 있었으며, 이를 통해 8시간 이상의 연속 측정에서 분석법의 견고성 및 재현성 입증.

DCS 및 통합형 AVS MS가 적용된 9500 ICP-QQQ는 복잡한 환경 매트릭스의 일상적인 고처리량 분석을 가능하게 합니다. EPA Method 6020 준수 분석법은 AHM 및 에어 셀 모드를 사용하여 다원자 이온 및 M²⁺ 간섭을 효과적으로 처리함으로써 정확한 데이터를 제공했습니다.

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. 듀얼 셀 시스템(DCS) 및 고성능 헬륨 모드(AHM), 애질런트 발행물, [5994-8985KO](#)
3. 듀얼 셀 시스템을 탑재한 Agilent 9500 ICP-QQQ의 에어 셀 모드, 애질런트 발행물, [5994-8987KO](#)
4. 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	M5150-67107
	MicroMist nebulizer for 9500 ICP-MS	M5150-67024
인터페이스	ICP-MS sampler cone for 9500 ICP-MS, Ni tip with Cu base	M5150-67000
	Nickel skimmer cone for 9500 ICP-MS with u-lens	M5150-67005
	Extraction-Omega lens assembly, u-lens, stainless steel base	M5150-67022
튜브링 키트	Easy-fit peristaltic-pump tubing, PVC, white/white, 1.02 mm id, for sample	5005-0020
	Easy-fit peristaltic-pump tubing, PVC, blue/orange, 0.25 mm id, for internal standard	5005-0021
	Easy-fit peristaltic-pump tubing, beige thermoplastic, yellow/blue, 1.52 mm id, for drain	5005-0022
	Sample loop for ADS 2/AVS MS, 1.50 mL 1.00 mm id	5005-0425
	AVS MS preconfigured tubing kit for 9500 ICP-MS	M5171-67001
용기 키트	Diluent/carrier 6 L bottle kit, includes a 6 L can, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve	5005-0435
	Diluent 2 L PFA bottle kit for ICP-MS, includes 2 L PFA bottle, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve	5005-0436
	Waste container kit, includes a 10 L waste can, S60 StaySafe cap, fittings, and acid vapor filter	5005-0437
화학 표준물질	Initial calibration verification standard	5183-4682
	Environmental calibration standard	5183-4688

www.agilent.com/chem/9500icpqqq

DE-013879

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2026
2026년 6월 1일, 한국에서 발행
5994-9128KO

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