

Ultra High Matrix Introduction 및 Discrete Sampling을 갖춘 ICP-MS로 희석되지 않은 바닷물 분석

ISIS 3 DS를 장착한 Agilent 7850 ICP-MS로 정확하고
안정적인 저농도 분석



저자

Tetsuo Kubota, Agilent
Technologies, Inc.

서론

2015년에 UN이 채택한 17개의 지속 가능한 발전 목표(SDG)는 2030년까지 빈곤을 극복하고, 지구를 보호하고, 모든 사람들이 평화와 번영을 즐길 수 있도록 한다는 내용을 담고 있습니다(1). 총 17개의 SDG 항목은 직접적(17개 목표 중 13개) 또는 간접적(나머지 4개)으로 환경과 관련되어 있습니다. SDG를 추구하기 위해서는 공기, 해수를 포함한 여러 종류의 수자원, 세계 곳곳의 토양 등 모든 종류의 환경 샘플에 대한 철저하고도 지속적인 모니터링이 필요합니다.

UN은 다음과 같이 말하고 있습니다. "바다의 온도, 해수 순환, 화학 및 생태계는 지구를 사람이 살 수 있게 만드는 근본적인 역할을 합니다. 이 필수적인 글로벌 자원을 주의 깊게 관리하는 것은 지속 가능한 미래를 위해 중요한 일입니다."해양 환경의 중요성을 강조하기 위해 Goal 14는 '대양, 바다, 해양 자원의 보전 및 지속 가능한 사용'에 대한 내용을 담고 있습니다. 특히 Target 14.1은 육지 기반 활동에 의한 해양 오염을 2030년이 아닌 2025년까지 줄이는 것을 목표로 합니다. 산업 및 가정 폐수 속에 함유된 미량 원소는 해양 오염의 주 오염원입니다. 따라서 해수 시료 내 무기물 함량을 분석하는 것은 Target 14.1을 달성하기 위한 중요한 작업입니다.

ICP-MS는 높은 총 용존 고형물(TDS)을 함유할 수 있는(2- 5) 여러 종류의 복잡한 고매트릭스 환경 시료에서 다양한 분석물질을 측정하는 데 자주 사용되는 빠른 다원소 기술입니다. ICP-MS로 해수 내 다양한 원소를 측정하는 것은 해수의 높은 염도(6-8)때문에 특히 까다롭습니다. 높은 TDS의 시료를 직접(희석하지 않고) ICP-MS로 분석할 때는 분리되지 않은 매트릭스가 인터페이스 콘 오리피스에 축적되어 측정 감도에 영향을 미치고 기기의 장기적 안정성에 악영향을 미칠 수 있습니다. 또한 쉽게 이온화되는 Na나 K와 같은 원소가 시료 내에 고농도로 존재하면 높은 이온화 잠재력을 가진 다른 원소들의 이온화를 저해하는 "이온화 억제" 현상이 발생합니다. 또 다른 문제는 해수에 포함된 여러 주요 원소인 Na, Ca, Cl, S 등이 ICP-MS 질량 스펙트럼 내에서 동중원소 이온을 형성할 수 있다는 것입니다. 예를 들어 $^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}$ 는 ^{51}V 를 방해하고, $^{40}\text{Ar}^{23}\text{Na}$ 는 ^{63}Cu 와 중첩됩니다. 이러한 간섭 현상은 미량 원소인 Ti, V, Cr, Ni, Cu, Zn, As 등의 정확한 측정을 방해합니다.

이와 같은 문제들을 해결하기 위해 일부 ICP-MS 해수 분석법은 높은 시료 희석 계수를 사용하거나, 킬레이트 제제를 통해 매트릭스를 제거합니다. 이런 추가 시료 전처리 단계는 시간이 많이 소요되며, 희석제와 킬레이트 레진으로부터 오염이 발생할 위험도 있습니다.

여러 발전된 기술로 인해 분석자들은 고 매트릭스 시료 내 다원소를 직접 분석하기 위해 Agilent ICP-MS를 이용할 수 있습니다. Agilent ICP-MS 시스템은 스펙트럼 간섭을 해결하기 위해 ORS⁴ 충돌/반응 셀(CRC)을 갖추고 있습니다. ORS⁴는 운동 에너지 판별(KED) 및 헬륨(He) 충돌 모드를 사용하여 동중원소 중첩을 제거하는 데 최적화되었습니다. He 모드에서는 다수의 일반적 시료 타입에 포함된 대부분의 원소에 동일한 셀 설정을 사용할 수 있어 일상적인 분석이 더욱 단순화됩니다.

또한 Agilent ICP-MS 기기는 Ultra High Matrix Introduction(UHMI) 에어로졸 희석 시스템을 갖추고 있어 고 매트릭스 시료를 ICP-MS에 직접 주입할 수 있습니다. UHMI는 아르곤 가스를 이용해 시료 에어로졸을 희석하여 고온을 보장하고 보다 견고한 ICP를 수행할 수 있도록 하며, 결과적으로 고 매트릭스 시료의 장시간 분석에서 안정성을 유지합니다. 플라즈마 내구성은 CeO^+/Ce^+ 비를 이용해 모니터링되며, 낮은 비율은(9) 견고한 플라즈마를 의미합니다. Agilent ICP-MS의 견고한 작동 조건(낮은 CeO/Ce 비)은 고매트릭스 시료 내에서 효과적인 매트릭스 분해 및 분석물질 이온화를 제공하며, 장시간 분석에서 드리프트 현상을 최소화하고, 인터페이스 콘의 일상적 유지보수 빈도를 낮춰줍니다. Agilent 7850 ICP-MS를 사용하면 이 연구에서 보이는 바와 같이, 희석되지 않은 바닷물도 우수한 정확성과 장기간의 안정성을 유지하면서 직접 측정이 가능합니다.

Agilent ICP-MS MassHunter 소프트웨어(버전 5.1 이상) 역시 오토튜닝, 프리셋 분석법, IntelliQuant, Early Maintenance Feedback(EMF)과 같은 유용한 기능을 여럿 갖추고 있으며, 이는 실험실에서 ICP-MS 분석이 보다 효율적으로 이루어질 수 있도록 합니다. 이러한 기능은 작업자가 분석법 개발을 최적화할 수 있도록 하고, 불필요한 기기 유지보수를 방지하며, 해수처럼 까다로운 시료에서 고품질 데이터를 생성할 수 있도록 합니다.

실험

표준물질 및 시료 전처리

검량 표준물질 및 시료는 1% HNO_3 및 0.5% HCl의 산 매트릭스로 전처리했습니다. ICP-MS 분석을 할 때는 Sb 및 Hg와 같은 원소의 안정성을 보장하기 위해 보통 HCl이 시료에 첨가됩니다. Agilent ORS⁴ CRC의 표준 He 셀 모드는 첨가된 염화물 매트릭스에 의해 형성될 수 있는 CI 기반 간섭을 제거합니다.

검량 표준물질, 첨가 물질 및 대부분의 품질 관리(QC) 표준물질은 애질런트 환경 검량 표준물질(제품 번호 5183-4688)을 이용해 제조했습니다. B, P, Ti, Sn, Hg에 대해서는 단일 원소 표준물질을 사용하였습니다(Kanto Chemicals, 일본). 고농도에서는, Sn 이 검량 표준물질 제조에 사용된 상대적으로 낮은 HCl 농도에서 장시간동안 화학적 안정성이 떨어집니다. Sn의 검량 직선성과 안정성을 보장하기 위해 이 물질의 표준물질은 각 시료군 분석 시 실험 직전에 제조하였습니다.

검량 바탕 물질을 포함한 6개 포인트의 검량 물질을 표 1에 나타난 농도 범위로 전처리하였습니다. 분석 과정에서의 QC를 위해 환경 검량 표준물질 및 B, P, Ti, Sn, Hg에 대한 단일 원소 표준물질을 1% HNO_3 와 0.5% HCl 산 매트릭스에서 혼합하였습니다. 대부분의 QC 시료 농도는 검량선의 중간 지점에 존재했습니다.

시료에는 합성 해수(Marine Art, Osaka Yakken, 일본), 실제 해수(중국과 일본해서 채취), NMIA MX014 해수 내 미량 원소 인증 표준물질(National Measurement Institute CRM, 오스트레일리아)이 포함되어 있었습니다(10). 매트릭스 첨가 시료는 표준물질을 각 해수 시료에 첨가하여 준비했습니다. 첨가 농도는 표 6에서 확인할 수 있습니다.

내부 표준물질(ISTD) 용액(애질런트 제품 번호 5183-4681)은 1% HNO_3 및 10% HCl의 산 2ppm의 Li, Y, In, Bi를 포함하고 있습니다. ISTD 용액에는 10%의 HCl을 첨가하여 고농도의 염화물 이온을 포함한 해수 시료의 매트릭스와 일치시켰습니다. 이 용액은 Agilent ISIS 샘플링 시스템 밸브의 7번 전용 포트를 통해 자동으로 온라인에 추가되었습니다. 더 작은 내경의 펌프 튜브를 사용했기 때문에 ISTD 용액의 유속은 시료 유속의 약 1/15였습니다.

표 1. 원소, 검량 농도 범위, QC 시료의 농도.

원소	검량 범위(ppb)
Na, Mg, Ca, Fe	10~100,000
다른 미량 원소	0.1~100
B	10~5,000
P	10~1,000
Ti, Sn	1~100
Hg	0.01~1

기기

ISIS 3 discrete sampling(DS) 시스템을 갖춘 Agilent 7850 ICP-MS를 사용해 다양한 종류의 해수 시료를 분석했습니다. 7850은 니켈 팁의 구리 샘플링 콘, 니켈 스키머 콘, UHMI 에어로졸 희석 시스템, ORS⁴ CRC를 갖추고 있습니다.

대부분의 일반적인 시료 유형 분석에서는 분석자들이 사전 설정 분석법, UHMI 설정 선택을 통한 자동화된 플라즈마 보정, 렌즈 오토튠, 단일 He 셀 모드를 사용할 수 있습니다. He 모드는 Quick Scan 데이터 수집을 위한 기본 모드로도 사용되므로, IntelliQuant 데이터(반정량)가 일반적인 동중원소 이온 중첩으로 인해 발생할 수 있는 오류로부터 자유로워집니다(10). 그러나 분석의 목적에 따라 분석자는 다른 셀 가스 모드를 사용할 수 있으며, 렌즈 튜닝도 조절해 감도를 극대화할 수 있습니다.

이 연구에서는 해수 중에 자연적으로 존재하는 여러 미량 원소의 직접 측정에 대한 낮은 검출 한계가 요구되었습니다. 측정의 감도를 극대화하기 위해 ORS⁴ 셀을 가스 미사용, He, Enhanced He(HEHe) (11), 및 H₂ 셀 가스 모드에서 작동시켰습니다. 장시간의 분석 과정에서 견고하고 안정적인 플라즈마 조건을 유지하기 위해 UHMI는 희석 수준 8(UHMI-8)로 설정되었습니다. 높은 염도의 시료를 분석할 때는 염이 Nebulizer와 토치 인젝터에 축적되는 것을 방지하기 위해 운반 가스를 습윤화하는 것이 일반적입니다. 이 연구에서 분무 가스와 희석 가스는 모두 애질런트 아르곤 가습기를 통해 습윤화되었습니다. He 모드의 CeO/Ce 비는 대략 0.2%였습니다. 렌즈 파라미터는 장기적 안정성을 위해 최적화되었습니다.

일반적으로 고 매트릭스 시료를 ICP-MS로 분석하기 전에는 기기의 시료 주입 시스템을 사전 컨디셔닝합니다. 이 연구에서는 500ppm의 Ca 표준 용액이 15분간 일반 플라즈마 작용 조건에서 흡입되었습니다. 바탕 용액을 이용한 빠른 행굼 이후, 희석되지 않은 바닷물 시료를 15분간 흡입시켰습니다. 최종적으로, 바탕 시료를 기기에 30분간 주입함으로써 시료 주입 시스템을 행구었습니다.

시료 이송에는 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기를 사용했습니다. ISIS 3 DS 시스템은 이전 시료에 대한 데이터를 수집하는 동안 행굼 프로그램을 시작하여 전체 분석 속도를 높입니다. ISIS 3 DS는 기존 DS 비해 분석 시간을 2분 단축하는 동시에 이전 시료의 이월 오염을 최소화했습니다. ISIS 3 구성 및 기능에 대한 자세한 내용은 다른 자료에 나와 있습니다(4, 5).

기기 작동 조건은 표 2에 나와 있으며, ISIS 3 작동 파라미터는 표 3에 기재되어 있습니다.

표 2. Agilent 7850 ICP-MS 작동 파라미터.

파라미터	설정			
플라즈마 모드	UHMI-8			
RF 전력(W)	1600			
샘플링 깊이(mm)	10			
분무 가스(L/분)	0.70			
희석 가스(L/분)	0.28			
Extract 1(V)	-4			
Extract 2(V)	-250			
오메가 편차(V)	-100			
오메가 렌즈(V)	9			
가스 모드	가스 미사용	H ₂	He	HEHe
굴절(V)	13.2	1.2	1.4	-74
가스 유속(mL/분)	-	4.5	4.5	10
에너지 판별 전압(V)	5	5	4	7

운영 처리된 파라미터는 UHMI-8이 선택되었을 때 ICP-MS MassHunter 소프트웨어에 의해 자동으로 설정되었습니다.

표 3. Agilent ISIS 3 파라미터.

파라미터	설정	
루프 부피(mL)	1.4	
	시간(초)	펌프 속도(%)
시료 로드	9	35
안정화	23	5
프로브 행균	25	8
프로브 행균 2	10	60
프로브 행균 3	10	5
루프 프로브 세척 옵션	13	60
루프 세척 옵션	3	5

결과 및 토의

MDL 및 검량선

모든 분석물질은 표 2에 나열된 수집 파라미터를 사용하여 측정했습니다. 분석법 검출 한계(MDL)는 산 희석제 매트릭스에서 검량 바탕용액을 10번 측정한 결과의 표준 편차에 3을 곱하여 계산했습니다(표 4). 극미량 분석물질에 대한 MDL은 대부분 낮은 ng/L(ppt) 수준으로 나타나 7850 ICP-MS의 높은 감도가 응용에 적합함을 입증했습니다. ²⁰¹Hg는 여러 종류의 시료 유형에서 선호되는(기본) 동위원소이나, ²⁰²Hg 역시 측정될 수 있으며 상대적으로 높은 농도로 인해 DL이 약간 낮을 수 있습니다. 그림 1은 Mg, P, Cr, Ni, Zn, As, Cd, Pb의 검량선을 보여줍니다. 검량은 0.1ppb~100ppm의 넓은 범위에서 우수한 직선성을 보였으며, 이로 인해 검량 계수 R이 0.9999보다 크게 나왔습니다.

표 4. 가스 모드, 적분 시간, ISTD, MDL

분석물질	가스 모드	적분 시간(초)	ISTD	MDL (ppb)
9 Be	가스 미사용	0.3	6 Li	0.003
11 B	가스 미사용	0.3	6 Li	9.67
23Na	He	0.1	45 Sc	98.7
24 Mg	He	0.1	45 Sc	0.874
31 P	HEHe	0.3	45 Sc	5.59
44Ca	H ₂	0.3	45 Sc	3.08
47 Ti	He	0.3	45 Sc	0.218
51 V	He	0.3	45 Sc	0.033
52 Cr	He	1.0	45 Sc	0.022
55 Mn	He	0.3	45 Sc	0.070
56 Fe	H ₂	1.0	45 Sc	0.058
59 Co	He	0.3	103 Rh	0.006
60 Ni	He	0.5	103 Rh	0.022
63 Cu	He	0.5	103 Rh	0.025
66 Zn	He	0.5	103 Rh	0.043
75 As	He	1.0	89 Y	0.076
78 Se	H ₂	1.0	89 Y	0.010
95 Mo	He	0.3	103 Rh	0.008
111 Cd	He	1.0	103 Rh	0.004
118 Sn	He	0.3	115 In	0.054
121 Sb	He	0.3	115 In	0.009
201 Hg	He	3.0	209Bi	0.005
Pb*	He	0.33 x 3	209Bi	0.004
238 U	He	0.3	209Bi	0.003

*Pb는 가장 양이 많은 세가지 동위원소 206, 207, 208의 총합으로 측정했습니다.

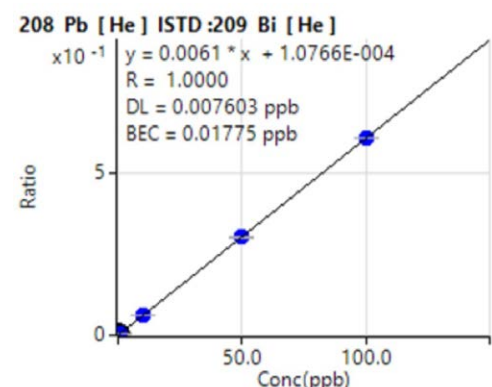
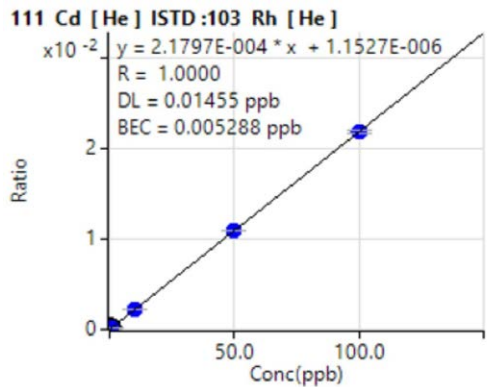
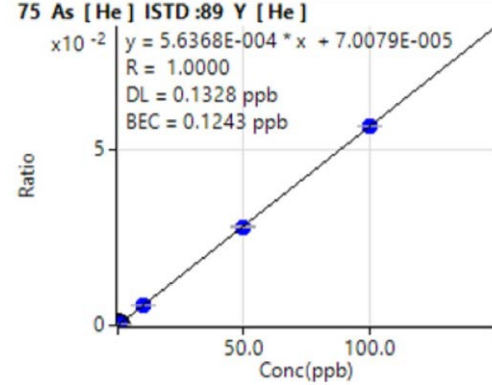
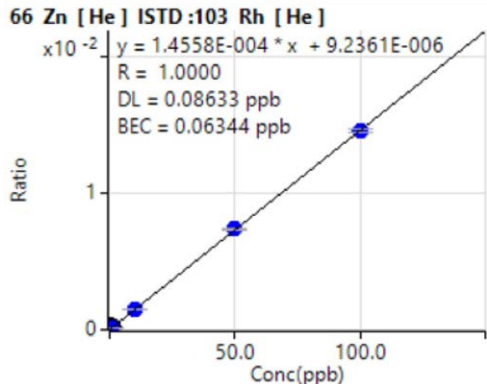
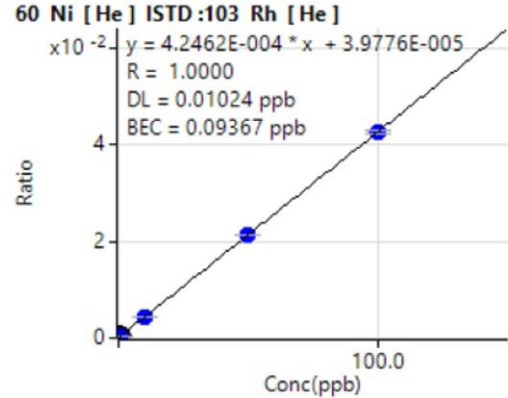
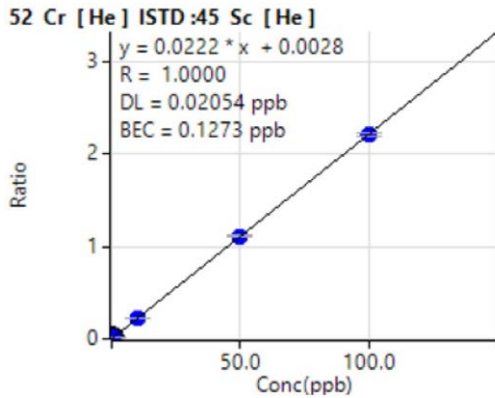
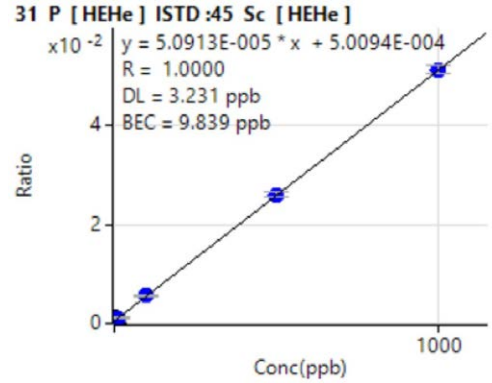
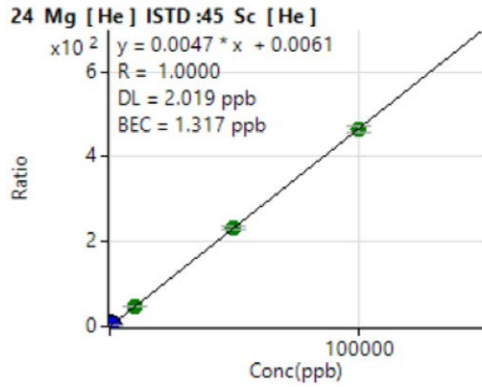


그림 1. Mg, P, Cr, Ni, Zn, As, Cd, Pb의 검량선.

IntelliQuant의 시료의 고형물 수준 계산

IntelliQuant Quick Scan 데이터는 정량적 분석법의 일부로서 수집되었습니다. IntelliQuant 결과는 각 원소별 표준물질 없이도 최대 78개 원소의 반정량적 농도를 제공합니다. IntelliQuant는 또한 동위원소 존재비 템플릿 비교를 통해 예상치 못한 원소의 식별 및 확인을 가능케 합니다. 주기율표 "히트맵" 결과는 시료에 포함된 모든 원소의 농도를 빠르고 간단하게 보여줍니다. IntelliQuant는 또한 각 시료의 총 매트릭스 고형물(TMS) 함량을 계산하고 표시할 수 있습니다(12). TMS는 신규 또는 특이한 시료 유형용 분석법 개발을 위한 강력한 도구로, 대표 시료의 총 매트릭스 수준을 빠르게 평가할 수 있습니다. 또한 인터페이스 콘에 대한 시료 부하를 추적하는 데도 사용될 수 있어 일상적인 유지보수를 관리하는 데 도움이 됩니다. 해수 시료, QC, 바탕 물질에 대한 TMS 결과는 그림 2에 나와 있습니다.

시료명	23 Na			24 Mg	
	TMS (ppm)	농도	SQ Unit	농도	SQ Unit
seawaterB	11161.849	9615.383	mg/l	1095.728	mg/l
QC	106.559	91.496	mg/l	4.327	mg/l
blank	2.703	2.353	mg/l	0.093	mg/l

그림 2. 3가지 시료 내 Na 및 Mg의 IntelliQuant TMS 데이터와 반정량 농도. Quick Scan 데이터에서 Na(91%) 및 Mg(86%)에 대한 정확한 QC 회수율을 얻었습니다.

해수 시료 및 해수 CRM의 분석

7850 ICP-MS로 2가지 해수 시료 및 해수 CRM을 각각 3회씩 분석하였습니다. 평균 농도 및 CRM 회수율은 표 5에 나타나 있습니다. 모든 인증 원소가 ±10% 이내의 회수율을 보였으므로, 분석법의 정확성이 입증되었습니다. 모든 분석물질이 NMIA MX014에서 인증값을 가지고 있는 것은 아니므로, 표 5의 빈 칸은 인증값(또는 표준값)이 없음을 나타냅니다.

표 5. 합성 해수, 지역 해수 내의 측정 농도와 NMIA MX014 해수 CRM 내의 인증된 원소 회수율. 농도 단위는 µg/L이며, 음영 처리된 행의 농도 단위는 mg/L입니다.

	합성 해수	해수 시료	NMIA MX014	NMIA MX014 인증값	회수율(%)
9 Be	0.114	0.003	<MDL	-	-
11 B	5.18	5.58	6.20	-	-
23Na	8,960	9,070	9,580	-	-
24 Mg	1,240	1,090	1,160	-	-
31 P	10.9	59.1	26.0	-	-
44Ca	377	381	415	-	-
47 Ti	<MDL	<MDL	<MDL	-	-
51 V	0.057	1.77	4.80	4.76 ± 0.12	101
52 Cr	0.630	0.129	2.35	2.613 ± 0.075	90
55 Mn	1.07	0.154	1.37	1.48 ± 0.16	93
56 Fe	6.52	0.327	20.5	21.70 ± 0.32	94
59 Co	0.428	0.033	2.98	2.864 ± 0.068	104
60 Ni	0.246	0.548	3.61	3.66 ± 0.10	98
63 Cu	0.232	0.643	2.94	2.90 ± 0.25	101
66 Zn	0.142	1.38	9.88	-	-
75 As	0.133	1.52	3.01	2.96 ± 0.26	102
78 Se	0.130	0.092	2.75	3.06 ± 0.26	90
95 Mo	9.84	11.7	11.2	-	-
111 Cd	0.022	0.017	1.21	1.318 ± 0.034	92
118 Sn	0.029	0.022	0.043	-	-
121 Sb	0.043	0.210	0.185	-	-
201 Hg	0.017	0.016	0.404	0.433 ± 0.010	93
Pb*	0.162	0.008	2.51	2.467 ± 0.065	102
238 U	0.022	3.14	3.24	-	-

*Pb는 가장 양이 많은 세가지 동위원소 206, 207, 208의 총합으로 측정했습니다.

첨가 물질 회수율

2가지 해수 시료 및 해수 CRM의 매트릭스 첨가물(MS) 결과는 표 6에 나타나 있습니다. 해수에는 1000µg/L 첨가물보다 더 높은 농도의 B, Na, Mg, Ca가 포함되어 있으므로, 이 원소들에 대한 회수율 결과는 없습니다. 다른 원소의 회수율은 대부분 첨가물의 ±10% 이내였으며, 이는 분석법의 정확성을 더욱 입증하였습니다.

표 6. 합성 해수의 첨가물 회수율(%), 지역 해수, NMIA MX014 해수 CRM.

원소	첨가 농도 (ppb)	합성 해수 (%)	해수 시료 (%)	NMIA MX014 (%)
9 Be	10	109	110	104
31 P	500	115	111	118
47 Ti	10	111	101	107
51 V	10	102	99	99
52 Cr	10	96	94	93
55 Mn	10	98	99	97
56 Fe	1000	100	101	100
59 Co	10	106	108	106
60 Ni	10	103	102	100
63 Cu	10	100	101	98
66 Zn	10	103	101	95
75 As	10	104	103	100
78 Se	10	96	97	89
95 Mo	10	107	108	107
111 Cd	10	100	100	99
118 Sn	10	102	99	98
121 Sb	10	106	105	101
201 Hg	0.1	107	103	109
Pb*	10	105	105	103
238 U	10	108	106	103

*Pb는 가장 양이 많은 세가지 동위원소 206, 207, 208의 총합으로 측정했습니다.

장기 안정성

희석되지 않은 해수에 대한 7850 ICP-MS 분석의 견고성을 시연하기 위해 7시간 동안 120개 시료, 30개 표준물질, QC 시료를 반복해 분석하였습니다. 7850은 ISIS 개별 샘플링 및 UHMI 에어로졸 희석의 조합을 통해 장시간에 걸친 고 매트릭스 시료의 일반 분석을 처리할 수 있었습니다. 그럼에도 불구하고 고 매트릭스 농도는 시료 이송, 분무, 에어로졸 이송의 물리적 과정의 변화로 인해 신호 변화를 야기합니다.

또한 최적화된 견고한 플라즈마라 하더라도 고염 시료 측정에서 어느 정도의 이온화 억제는 발생합니다. 이와 같은 물리적 작용과 이온화 효과를 보정하려면 분석자는 각 시료 용액에 대해 내부 표준물질을 자동으로 온라인 첨가합니다.

그림 3은 분석 과정 대부분에서 질량 의존적 드리프트 현상 없이 70~120%의 ISTD 회수율이 유지되었음을 보여줍니다. ISTD 회수율 데이터는 기기 인터페이스의 매트릭스 축적 최소화를 위한 플라즈마의 견고성 및 매트릭스 내성을 확인해주었습니다. 또한 ISTD 플롯을 보면 7850이 다양한 질량 및 이온화 전위를 포함하는 원소들에 대해 ISTD 신호의 일관성을 유지시켜 신호 억제에 탁월한 제어 능력을 발휘한다는 사실이 입증됩니다. QC 테스트 역시 수행되었습니다. QC 시료의 모든 원소 회수율은 분석 시간 내내 90~110%로 나타났으며, 이를 통해 분석법의 안정성이 드러났습니다(그림 4).

두 가지 회수율 결과 모두 UHMI를 사용하는 7850 ICP-MS가 장기적 완전성 및 높은 매트릭스 내성을 제공한다는 사실을 알 수 있습니다.

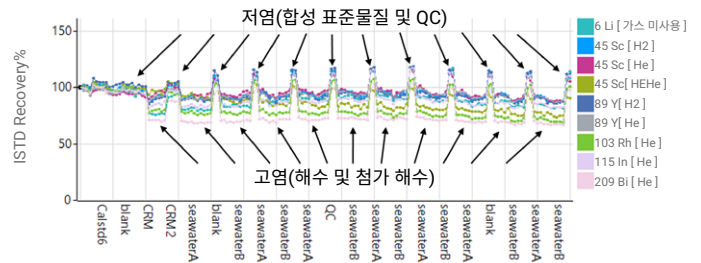


그림 3. 150개 시퀀스에 대한 ISTD 안정성(120개 샘플, 7시간). 공간 제한으로 인해 모든 시료명을 표시하지 않았음. 높은 ISTD 신호와 낮은 ISTD 신호가 번갈아 나타나는 것은 각각 낮은 매트릭스와 높은 매트릭스 시료 유형의 전송 및 분무로 인한 결과입니다. 낮은 매트릭스 시료에는 합성 검량 표준물질 및 QC 용액이 해당되며, 높은 매트릭스 시료에는 희석되지 않은 바닷물 및 첨가물 해수 용액이 해당됩니다.

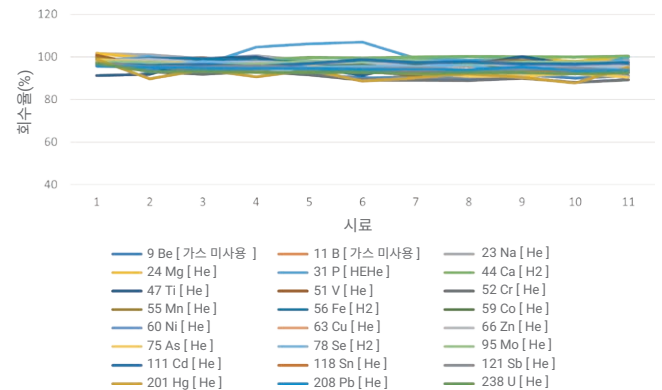


그림 4. 7시간 동안 나타난 QC 시료의 원소 회수율.

자동 유지보수 알람

ICP-MS의 시료 도입 시스템에서는 해수와 같은 고 매트릭스 시료를 분석하기가 부담스러울 수 있습니다. 분석 성능을 극대화하고 계획되지 않은 기기 가동 중단을 최소화하려면, 시료의 유형과 작업 부하를 기준으로 일상적인 유지보수 작업을 예약하는 것이 좋습니다. 분석자는 ICP-MS MassHunter를 이용해 시료 수 또는 경과 시간에 따라 시료 유형에 맞는 카운터를 설정하여 기기 사용을 모니터링하고 EMF 알람을 발송시킬 수 있습니다(13). ISIS 3 개별 샘플링 시스템은 콘에 도달하는 시료 매트릭스를 줄여 이러한 카운터를 더 높은 값으로 설정할 수 있게 합니다.

일반적인 실행 전 성능 점검뿐만 아니라 시료 시퀀스가 완료된 다음 실행 후 점검을 실행하도록 예약할 수 있습니다. 분석자는 이 실행 후 점검을 통해 다음날 기기를 사용하기 전에 콘 세척과 같은 일상적 유지보수를 수행해야 하는지 정확하게 알 수 있으므로 유지보수 작업 일정 관리가 한층 쉬워집니다.

결론

이 연구는 Agilent ISIS 3 개별 샘플링 시스템을 갖춘 Agilent 7850 ICP-MS가 희석되지 않은 바닷물 시료의 장시간 다원소 분석을 수행할 수 있다는 것을 보여주었습니다.

ICP-MS로 매트릭스 농도가 높은 시료를 분석하면 신호 드리프트, 억제, 동중원소 이온 간섭 현상 등이 발생할 수 있습니다. 7850 분석은 UHMI-8을 이용한 플라즈마 견고성, ORS⁴의 간섭 현상 제거, 최적화된 분석 워크플로를 제공하는 ICP-MS MassHunter 소프트웨어 덕분에 성공적일 수 있었습니다.

7시간에 걸친 희석되지 않은 바닷물 시료의 분석 시간 동안 내부 표준물질 측정의 안정성이 유지되었으며, 결과적으로 UHMI 에어로졸 희석 기술을 갖춘 7850의 매트릭스 내성과 안정성이 입증되었습니다. 기기 안정성은 드리프트, QC 실패, 시료 재분석 및 유지보수를 줄여주므로 일상적인 고처리량 작업 환경에서 생산성을 높이는 데 중요합니다.

이 분석법의 정확성은 해수 CRM 분석과 2가지 해수 시료 및 해수 CRM내 24개 원소에 대한 첨가 회수율 테스트 수행을 통해 평가되었습니다. 모든 인증 원소는 CRM에서 ±10% 범위 내로 측정되었으며, 매트릭스 첨가 결과 역시 대부분 ±10% 이내로 드러났습니다. 이 결과의 정확성은 헬륨 및 수소 모드에서 ORS⁴가 동중원소 간섭을 효과적으로 제어했기 때문이었습니다. 처음부터 정확한 해답을 얻으면 스펙트럼 중첩의 제어 신뢰성이 떨어지는 분석 기법을 이용하는 일상적 실험실에 큰 부담을 줄 수 있는 시료 재측정 필요성이 해소됩니다.

분석자는 EMF 일반 및 실행 후 성능 확인을 통해 유지보수가 필요한지를 알 수 있습니다. 또한 IntelliQuant는 해수 분해물의 총 매트릭스 함량 추정치를 제공하며, 이는 또한 일반 유지보수 일정 관리를 돕고 예상치 못한 기기 가동 중단 사태를 방지합니다.

참고 문헌

1. United Nations Division for Sustainable Development Goals (DSDG), The 17 Goals, accessed November 2021, <https://sdgs.un.org/goals>
2. Tetsuo Kubota, ICP-MS 및 개별 샘플링을 사용한 토양의 일상적 분석, [5994-2933KO](#)
3. Tetsuo Kubota and Dong Yan, China Soil Pollution Survey: Elemental Analysis of Soil and Sediment Digests by ICP-MS, Agilent publication, [5994-0309EN](#)
4. Tetsuo Kubota, Simple and Reliable Soil Analysis using the Agilent 7800 ICP-MS with ISIS 3, Agilent publication, [5991-8674EN](#)
5. Kazuo Yamanaka and Steve Wilbur, Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, Agilent publication, [5991-5208EN](#)
6. P. Leonhard, R. Pepelnik, A. Prange, N. Yamada, and T. Yamada, *J. Anal. At. Spectrom.*, **2002**, 17, 189–196 <https://doi.org/10.1039/B110180N>
7. Shaun Fletcher and Glenn Woods, High Throughput, Direct Analysis of Seawater using the Agilent 7800 ICP-MS with HMI for Aerosol Dilution, Agilent publication, [5991-7936EN](#)
8. Performance of the Agilent 7900 ICP-MS with UHMI for high salt matrix analysis, Agilent publication, [5991-4257EN](#)
9. Plasma Robustness and Matrix Tolerance, Agilent ICP-MS technology brief, [5994-1173EN](#)
10. Australian Government, National Measurement Institute, Certificate of Analysis for NMIA MX014 Trace Elements in Sea Water, accessed November 2021, <https://www.industry.gov.au/sites/default/files/nmi/chemical-reference/mx014.2018.01.pdf>
11. Enhanced Helium Collision Mode with Agilent ORS⁴ Cell, Agilent publication, [5994-1171EN](#)
12. Agilent IntelliQuant for ICP-MS, Agilent publication, [5994-2796EN](#)
13. Smart Self-Health Checks for ICP-MS Instruments, Agilent publication, [5994-2780EN](#)

소모품 목록

소모품 설명	애질런트 제품 번호
샘플러 콘: 니켈 팁, 구리 베이스. 표준 콘, 대부분의 일반 응용에서 x-렌즈와 함께 사용.	G3280-67040
ICP-MS 스키머 콘, 니켈. 표준 콘, 대부분의 일반 응용에서 x-렌즈와 함께 사용.	G3280-67041
Easy-fit 연동펌프 튜브, 시료 주입에 표준, 수성/산성/알칼리성 매트릭스에 사용 권장, 1팩 12개 구성.	5005-0020
Easy-fit 연동펌프 튜브, 내부 표준물질 주입에 표준, 수성/산성/알칼리성 매트릭스에 사용 권장, 1팩 12개 구성.	5005-0021
Easy-fit 연동펌프 튜브, 긴 수명, 스프레이 챔버 드레인에 표준, 1팩 12개 구성.	5005-0022
아르곤 가습기, 2개의 가스 라인	G8400-60700
아르곤 가습기용 튜브 세트	G8400-60710
환경 검량 표준물질, 100mL	5183-4688
내부 표준물질 혼합물, 100mL	5183-4681

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

DE00683196

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
2022년 1월 25일 한국에서 인쇄
5994-4467KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
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