

ICP-MS 및 개별 샘플링을 사용한 토양의 일상적 분석

애질런트 7850 ICP-MS는 고매트릭스 시료를 장기간
정확하게 분석하는 데 필요한 안정성과 견고성을
제공합니다



저자

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

서론

ICP-MS는 토양 및 슬러지 분해물과 같은 광범위하고 복잡한 고매트릭스 환경 시료에서 30가지 이상의 분석물질을 측정하는 데 자주 사용되는 빠른 다원소 기술입니다¹⁻³. 의뢰를 받아 환경 시료를 분석하는 상업 실험실에서는 간단하고 일관된 분석 워크플로를 실현하기 위해 노력합니다. 이러한 일상적인 운영을 지원하기 위해 애질런트 ICP-MS 시스템은 UHMI(Ultra High Matrix Introduction) 기술을 이용해 전반적인 매트릭스 내성을 높여줍니다. UHMI를 사용하면 시료별 희석이나 검량 표준물질의 매트릭스 보정 없이도 다양한 고매트릭스 시료를 측정할 수 있습니다. 또한, 고매트릭스 시료의 일상적 분석에는 신호 안정성에 대한 우려가 커지고 장시간의 분석 실행에 따라 기기 유지보수 빈도가 증가할 수 있습니다. 완벽한 작동 조건(낮은 CeO/Ce 비율)으로 고매트릭스 토양 분해물을 분석할 때 매트릭스 내성이 최적화되어 측정 결과의 드리프트가 최소화되고 일상적인 유지보수 빈도가 줄어듭니다⁴.

애질런트 ICP-MS 시스템에는 헬륨(He) 충돌 모드를 사용하여 모든 일반적인 동중원소 중첩을 제거하도록 최적화된 ORS⁴ 충돌/반응 셀(CRC)도 포함되어 있습니다. He 모드에서는 다수의 일반적인 시료 타입에 포함된 대부분의 원소에 동일한 셀 설정을 사용할 수 있어 일상적인 분석이 더욱 단순화됩니다. 또한 He 모드는 모든 동중원소 이온에 효과적이기 때문에 많은 분석물질에 대해 2차 또는 정성 동위원소에 접근이 가능합니다. 따라서 분석자는 1차 및 정성 동위원소의 결과를 비교하여 데이터의 정확성을 검증할 수 있습니다. Agilent ICP-MS MassHunter 소프트웨어는 또한 기존 설정 분석법, 자동 튜닝, 분석자에게 일반적인 분석 워크플로를 안내하는 소프트웨어 인터페이스를 갖추고 있어 간단하고 빠르게 배워서 쉽게 사용할 수 있습니다.

하드웨어 성능과 소프트웨어 기능의 이러한 고유한 결합은 전 세계 수많은 실험실에서 환경 시료의 일상적인 분석에 애질런트 ICP-MS 기기를 사용하는 이유 중 하나입니다. 그러나 이러한 많은 실험실, 특히 상업 부문의 실험실은 생산성과 데이터 품질을 유지하면서 분석 워크플로를 더욱 간소화할 방법을 찾고 있습니다. Agilent 7850 ICP-MS 및 ICP-MS MassHunter 소프트웨어(버전 5.1 이상)에는 실험실에서 ICP-MS 분석을 보다 효율적으로 실행하는 데 도움이 되는 일련의 새로운 기능이 포함되어 있습니다. 이러한 기능은 작업자가 시료 전처리 및 분석법 개발을 최적화하고, 불필요한 기기 유지보수를 방지하며, 까다로운 시료에서 고품질 데이터를 생성하는 도움을 줍니다.

ICP-MS MassHunter IntelliQuant는 He 모드에서 2초의 Quick Scan 수집을 통해 각 시료에서 최대 70가지 원소에 대한 반정량 농도를 계산하는 유용한 시간 절약 기능입니다. IntelliQuant 결과는 검량 표준용액에 존재하는 분석물질뿐만 아니라 모든 원소에 대해 계산됩니다. 이러한 결과는 주기율표 히트 맵으로 볼 수 있으며, 각 시료에 포함된 모든 원소의 농도 범위를 명확하게 표시합니다⁶. IntelliQuant 데이터는 합산하여 총 매트릭스 고형물(TMS) 수준을 얻을 수 있고, 예상치 못한 원소의 존재를 확인하는 데 사용할 수 있으며, 시료 재측정의 필요성을 줄이는 데 도움을 줄 수 있습니다.

Agilent ICP-MS 시스템은 매우 우수한 플라즈마 견고성(낮은 CeO/Ce 비율)으로 주기적으로 작동되므로, 대부분의 일반적인 ICP-MS 시료에 존재하는 용존 고형물 수준을 쉽게 견딜 수 있습니다. 하지만 매우 높은 매트릭스 수준은 시료 점도 차이로 인해 시료 주입과 분무 프로세스에 변화를 주어 신호 변형을 초래할 수 있습니다. 새롭거나 특이한 시료 타입의 TMS 수준을 알면 분석법 개발이 간단해집니다. 예를 들어, 분석자는 TMS 수준을 사용하여 미지 시료 배치에 대한 적절한 측정 조건을

선택할 수 있습니다. TMS 데이터는 또한 내부 표준물질 신호의 갑작스런 감소와 같은 실행 중 또는 실행 후 데이터의 의문점 원인을 식별하고 이해하는 데 도움을 줄 수 있습니다. 이전 배치의 TMS 데이터를 검토하면 분석자가 정확한 정보에 입각해 일상적 유지보수에 대한 결정을 내리기가 보다 수월해질 수 있습니다.

ICP-MS MassHunter 기능은 또한 초기 유지보수 피드백(EMF) 지표와 각 순차 작업 후 기기 상태를 모니터링하기 위한 실행 후 tune-check를 사용하여 일상적인 세척 및 유지보수 일정을 관리하는 데도 도움을 줍니다⁶. 분석자는 이러한 기능으로 제공되는 정보를 바탕으로 기기 성능을 최적화하여 불필요한 유지보수를 피함으로써 시간과 리소스를 절약할 수 있습니다.

실험

기기

ISIS-3 개별 샘플링 시스템이 장착된 Agilent 7850 ICP-MS를 다양한 토양 및 퇴적물 분해 분석에 사용했습니다. 7850 기기에는 니켈 팁 샘플링 콘, 니켈 스키머 콘, UHMI 에어로졸 희석 시스템, ORS⁴ 헬륨 충돌 셀 및 2가 전하 간섭을 보정하는 자동화 기능이 포함되어 있습니다. 시료 이송에는 Agilent SPS 4 자동 시료 주입기를 사용했습니다.

7850 ICP-MS에는 UHMI 기술이 기본으로 포함되어 있습니다. UHMI 기술을 사용하여 분석 전에 시료별 희석의 필요성을 최소화함으로써 오류를 유발할 수 있는 시간 소모적인 수작업을 없앱니다. UHMI는 아르곤을 사용하여 시료 에어로졸을 희석하므로 플라즈마에 도달하는 시료 매트릭스가 줄어들고 액체 희석의 필요성이 해소됩니다. 시료 타입 및 예상 매트릭스 농도에 맞게 적절한 UHMI 에어로졸 희석 수준을 적용한 사전 설정 분석법을 선택하였습니다. 플라즈마 파라미터는 플라즈마 사전 설정에 따라 자동으로 적용되고 모든 렌즈는 자동 튜닝됩니다.

7850에는 동중원소 간섭 제어를 위한 ORS⁴ CRC도 포함되어 있습니다. 농도가 높고 다양한 주 원소가 포함된 시료는 가변적이면서 예측할 수 없는 매트릭스 기반 동중원소 간섭의 형성으로 인해 ICP-MS로 분석하기 어려울 수 있습니다. ORS⁴ 셀은 He 모드를 위한 최적의 구성으로, 한 세트의 표준 셀 조건에서 모든 일반적인 매트릭스 기반 동중원소 간섭을 효과적으로 줄입니다. 이 입증된 접근 방식을 통해 숙련된 분석자는 물론 초보 분석자도 모든 원소에 대해 신뢰할 수 있고 정확한 데이터를 빠르고 안정적으로 얻을 수 있습니다. He 모드는 Quick Scan 데이터 수집을 위한 기본 모드로 선택되므로 IntelliQuant 데이터에는 일반적인 동중원소 이온 중첩으로 인해 발생할 수 있는 오류가 배제됩니다.

ICP-MS MassHunter 소프트웨어에는 토양 시료에 존재할 수 있는 희토류 원소(REE)로 인한 잠재적 2가 전하 이온 간섭을 자동으로 보정하는 기능이 포함되어 있습니다⁷⁾. 토양 시료에 충분히 높은 농도로 존재하는 경우, 2가 전하 REE 이온인 $^{150}\text{Nd}^{2+}$ 및 $^{150}\text{Sm}^{2+}$ 은 $^{75}\text{As}^+$ 를 간섭하며, $^{156}\text{Gd}^{2+}$ 및 $^{156}\text{Dy}^{2+}$ 는 $^{78}\text{Se}^+$ 를 간섭합니다. REE²⁺ 간섭은 He 모드에서 효과적으로 제거되지 않으므로 보정하지 않을 경우 이러한 중첩으로 인해 위양성(false positive) 결과가 얻어질 수 있습니다. 기기 운영 조건을 표 1에 표시되어 있습니다.

표 1. 7850 ICP-MS 운영 조건

ICP-MS 파라미터	헬륨 모드	
플라즈마 모드	UHMI-8	
RF 전력(W)	1600	
스프레이 챔버 온도(°C)	2	
샘플링 깊이(mm)	10	
Nebulizer 가스 유속(L/분)	0.69	
희석 가스 유속(L/분)	0.28	
렌즈 전압	자동 튜닝	
He 유속(mL/분)	1.0	5.0(*10)
에너지 판별(V)	5.0(*7.0)	
원소	베릴륨, 1 ISTD	27가지 분석물질, 3 ISTD

운영 처리된 파라미터는 자동으로 설정되었습니다. *Se 및 P에 사용된 향상된 He 모드 설정. As 및 Se는 M⁺ 보정에 사용된 증가된 분해능 설정으로 측정되었습니다.

ISIS 3 개별 샘플링 시스템은 이전 시료에 대한 데이터를 수집하는 동안 평균 프로그램을 시작하여 전체 분석 속도를 높입니다. ISIS 3 개별 샘플링은 기존 시료 주입에 비해 분석 시간을 2분 단축하는 동시에 이전 시료의 이월 오염을 최소화했습니다. ISIS 3 구성 및 기능에 대한 자세한 내용은 다른 자료에 나와 있습니다^{2, 3)}.

표 2. ISIS 3 작동 파라미터

ISIS 3 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

표준물질 및 시료 전처리

검량 표준물질 및 시료는 1% HNO₃ 및 0.5% HCl의 산 매트릭스로 전처리했습니다. ICP-MS 분석을 할 때는 Ag, Sb 및 Hg와 같은 원소의 안정성을 보장하기 위해 보통 HCl이 시료에 첨가됩니다. 7850 ICP-MS의 표준 He 셀 모드는 첨가된 염화물 매트릭스에 의해 형성될 수 있는 Cl 기반 간섭을 제거합니다. 검량 표준물질, 스파이크 및 대부분의 품질 관리(QC) 표준물질은 애질런트 환경 검량 표준물질(품목번호 5183-4688)을 이용해 준비했습니다. Al, Mn, Hg, Zn(Kanto Chemicals, Japan) 및 P(SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, USA)에는 단일 원소 표준물질을 사용했습니다. 검량 바탕용액을 포함한 6 포인트 검량물질은 그림 1에 나타난 농도 범위에서 전처리되었습니다. “광물 원소”라는 용어는 Na, Mg, K, Ca 및 Fe를 의미합니다.

실행 중 품질 관리(QC)를 위해 다원소 환경 검량 표준물질 A(VHG) 및 Al, Mn, P, Hg, Zn에 대한 단일 요소 표준물질로부터 초기검정검증(ICV) 및 연속검정검증(CCV) 표준물질을 전처리했습니다. 1% HNO₃ 및 0.5% HCl의 산 매트릭스를 초기검정바탕시료(ICB) 및 연속검정바탕시료(CCB)로 사용했습니다. 저농도 ICV(LLICV) 시료의 경우, 극미량 원소에 대해 1ppb, 광물 원소에 대해 100ppb, Ca에 대해 200ppb, P에 대해 5ppb, Hg에 대해 0.02ppb를 포함하는 용액을 측정했습니다.

분석에 사용된 인증 표준물질(CRM)은 강 퇴적물 A, 강 퇴적물 B, 강어귀 퇴적물, 토양 A 및 토양 B였습니다. CRM은 모두 미국 Charleston SC의 고순도 표준물질(HPS)을 사전 분해한 용액으로 공급했습니다. CRM은 1% HNO₃ 및 0.5% HCl 산 매트릭스를 사용하여 2배로 희석했습니다.

1ppm Li, Y, In 및 Bi를 포함하는 내부 표준물질(ISTD) 용액(애질런트 제품번호 5183-4681)은 ISIS 밸브의 7번째 전용 포트를 통해 온라인으로 자동 첨가했습니다. 더 작은 내경의 펌프 튜브를 사용했기 때문에 ISTD 용액의 유속은 시료 유속의 약 1/15였습니다.

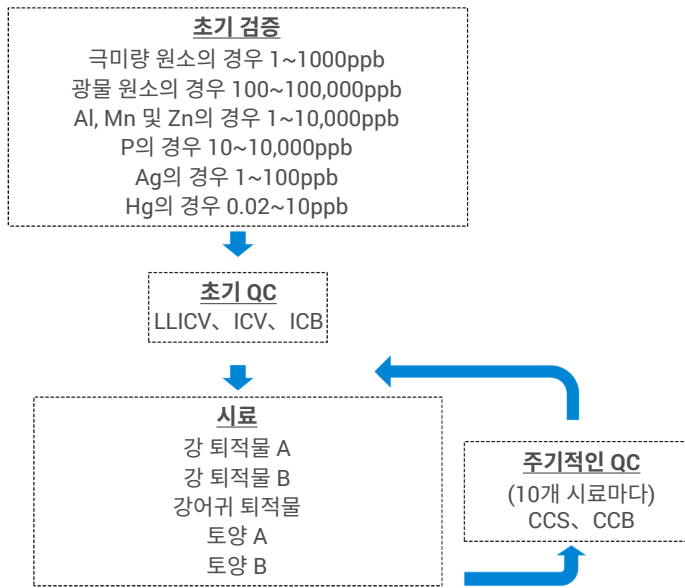


그림 1. 검량용액, QC 용액 및 시료의 분석 순서 시료 블록은 10개 시료마다 주기적으로 QC 블록을 자동 삽입하여 반복적으로 분석했습니다.

결과 및 토의

모든 분석물질은 표 1에 나열된 수집 파라미터를 사용하여 He 모드에서 측정했습니다. 검출 한계(LOD)는 산 희석제 매트릭스에서 검량 바탕용액을 10번 측정된 결과의 표준 편차에 3을 곱하여 계산했습니다(표 3). 극미량 분석물질에 대한 LOD는 대부분 낮은 ng/L(ppt) 수준으로 나타나 7850 ICP-MS의 감도가 목적에 적합함을 입증했습니다.

장기 안정성

7850 ICP-MS의 완전성을 입증하기 위해 100개의 시료와 30개의 QC 시료를 하루 종일 분석했습니다. 다양한 고매트릭스 시료를 분석하면 물리적 영향으로 인해 신호가 달라질 수 있습니다. 매트릭스 수준이 시료의 점도에 영향을 미쳐 유속과 분무에 변화를 가져오기 때문입니다. 이러한 영향을 보정하기 위해 ICP-MS 분석자들은 일반적으로 온라인으로 ISTD를 추가합니다. 그림 2는 이 시료 분석에 대한 ISTD 회수율이 전체 실행 기간 동안 QC 한계인 70 ~ 130% 범위 내로 유지되어 질량 의존적 드리프트가 없음을 보여줍니다. 회수율 데이터는 7850의 견고한 매트릭스 내성 플라즈마가 매트릭스 증착을 최소화시킨다는 사실을 잘 보여줍니다. 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. 이러한 결과들로부터 UHMI를 사용하는 7850 ICP-MS가 장기적 완전성 및 높은 매트릭스 내성을 제공한다는 사실을 알 수 있습니다.

표 3. 시료 희석에 사용된 것과 동일한 산 매트릭스에서 준비한 검량 바탕 용액을 10회 반복 분석하여 3시그마 분석법 LOD를 계산했습니다.

원소 및 질량 수	ISTD	LOD(µg/L)
9 Be	⁶ Li	0.004
23 Na	⁸⁹ Y	7.75
24 Mg	⁸⁹ Y	1.02
27 Al	⁸⁹ Y	4.97
31 P	⁸⁹ Y	2.75
39 K	⁸⁹ Y	30.3
44 Ca	⁸⁹ Y	17.1
51 V	⁸⁹ Y	0.016
52 Cr	⁸⁹ Y	0.371
55 Mn	⁸⁹ Y	0.222
56 Fe	⁸⁹ Y	3.27
59 Co	⁸⁹ Y	0.010
60 Ni	⁸⁹ Y	0.044
63 Cu	⁸⁹ Y	0.042
66 Zn	⁸⁹ Y	0.210
75 As	⁸⁹ Y	0.049
78 Se	⁸⁹ Y	0.049
95 Mo	⁸⁹ Y	0.009
107 Ag	¹¹⁵ In	0.016
111 Cd	¹¹⁵ In	0.008
121 Sb	¹¹⁵ In	0.011
137 Ba	¹¹⁵ In	0.059
201 Hg	²⁰⁹ Pb	0.004
205 Tl	²⁰⁹ Pb	0.005
Pb*	²⁰⁹ Pb	0.163
232 Th	²⁰⁹ Pb	0.008
238 U	²⁰⁹ Pb	0.006

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

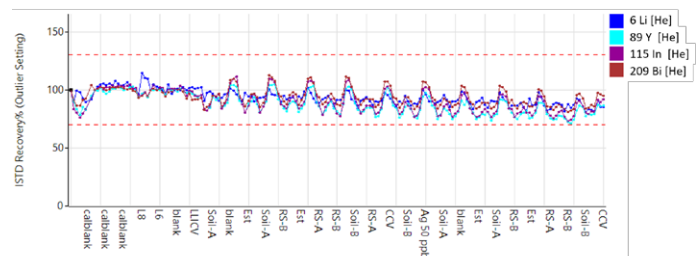


그림 2. 7850 ICP-MS를 사용하여 측정된 130개 이상의 시료에 대한 ISTD 안정성 ISTD 회수율은 모든 시료에 대한 검량 바탕용액으로 정규화됩니다. 공간이 부족하여 일부 시료명은 표시되지 않았습니다. 높고 낮은 ISTD 신호가 번갈아 나타나는 패턴은 각각 낮은 매트릭스 시료와 높은 매트릭스 시료 그룹에 대한 시료 전달과 분무의 차이를 나타냅니다.

표 4. 2배 희석 배수 보정 후의 CRM에 대한 인증값 및 회수율 농도 단위는 mg/L입니다(단, 음영 처리된 행의 원소는 µg/L).

(n=20)	강 퇴적물 A			강 퇴적물 B			강어귀 퇴적물			토양 A			토양 B		
	평균 농도	인증값	회수율(%)	평균 농도	인증값	회수율(%)	평균 농도	인증값	회수율(%)	평균 농도	인증값	회수율(%)	평균 농도	인증값	회수율(%)
9 Be	0.151	-	-	0.103	-	-	18.7	20.0±0.6	93	0.063	-	-	0.398	-	-
23 Na	51.8	50.0±0.3	103	54.2	50.0±0.5	108	206	200±2	103	72.2	70.0±0.7	103	99.8	100±1	100
24 Mg	69.6	70.0±0.4	99	127	120±1	106	102	100.0±0.6	102	70.2	70.0±0.4	100	79.0	80.0±0.48	99
27 Al	244	250±1	98	594	600±4	99	710	700±4	102	492	500±3	98	716	700±4	102
31 P	0.017	-	-	9.72	10.0±0.1	97	4.86	5.00±0.05	97	9.84	10.0±0.1	98	9.66	10.0±0.1	97
39 K	149	150±1	99	199	200±3	100	146	150±2	97	197	200±3	98	206	210±3	98
44 Ca	292	300±2	98	294	300±2	98	79	80.0±0.5	99	344	350±2	98	122	125±1	98
51 V	0.252	0.250±0.003	101	1.03	1.00±0.02	103	1.00	1.00±0.02	100	0.100	0.100±0.005	100	0.788	0.800±0.016	99
52 Cr	298	300±2	99	15.8	15.0±0.1	105	0.832	0.800±0.008	104	0.016	-	-	0.404	0.400±0.005	101
55 Mn	7.74	8.00±0.04	97	5.92	6.0±0.1	99	3.86	4.00±0.04	96	0.104	0.100±0.001	104	97.4	100±1	97
56 Fe	1190	1200±6	99	410	400±2	102	348	350±2	99	199	200.0±1.2	99	346	350±2	99
59 Co	100	100±1	100	162	150±3	108	108	100±2	108	2.46	-	-	98.6	100±2	99
60 Ni	0.510	0.50±0.01	102	0.550	0.50±0.01	110	0.320	0.30±0.02	107	0.298	0.30±0.02	99	0.202	0.20±0.01	101
63 Cu	1.01	1.00±0.01	101	1.06	1.00±0.01	106	0.214	0.200±0.003	107	0.300	0.300±0.005	100	2.96	3.00±0.03	98
66 Zn	13.7	15.0±0.2	91	4.70	5.00±0.05	94	1.37	1.50±0.03	92	0.916	1.00±0.002	92	64.0	70.0±0.7	91
75 As	0.594	0.60±0.03	99	0.200	0.20±0.01	100	0.097	0.100±0.005	97	0.190	0.20±0.01	95	5.74	6.00±0.12	96
78 Se	19.7	20±2	98	9.44	10±1	94	45.8	50±5	92	9.42	10±1	94	0.254	-	-
95 Mo	0.592	-	-	2.30	-	-	1.06	-	-	0.234	-	-	1.55	-	-
107 Ag	1.63	-	-	0.318	-	-	0.182	-	-	0.236	-	-	0.500	-	-
111 Cd	102	100±2	102	30.6	30±1	102	0.446 [†]	0.4	-	2.98 [†]	6	-	195	200±4	97
121 Sb	518	500±20	104	41.0	40±2	102	4.42 [†]	4	-	32.6	30±1	109	398	400±12	100
137 Ba	0.514	0.50±0.01	103	4.02	4.00±0.04	100	0.004	-	-	5.06	5.00±0.05	101	6.98	7.00±0.07	100
201 Hg	0.028	-	-	0.021	-	-	0.021	-	-	0.019	-	-	0.020	-	-
205 Tl	9.72	10±1	97	9.76	10±1	98	0.066	-	-	0.066	-	-	0.130	-	-
Pb*	7.12	7.00±0.07	102	2.04	2.0±0.1	102	0.304	0.30±0.02	102	0.400	0.40±0.02	100	58.6	60.0±0.6	98
232 Th	19.9	20±2	99	97.8	100±5	98	97.6	100±5	98	97.6	100±5	98	97.4	100±5	97
238 U	9.82	10±1	98	29.0	30±2	97	0.055	-	-	9.54	10±1	95	242	250±10	97

*Pb는 가장 양이 많은 세가지 동위원소 206, 207, 208의 총합으로 측정했습니다. †는 인증되지 않은 참조값을 나타냅니다. 빈 셀은 참조값 또는 인증값이 없음을 나타냅니다.

CRM의 정확한 분석

시퀀스를 진행하는 동안 5개의 CRM을 각각 20회 분석했고, 평균 농도 및 회수율은 각 분석물질에 대해 계산했습니다(표 4). 수백 mg/L(ppm)의 농도로 들어 있는 주 원소와 10µg/L(ppb) 정도 낮은 농도의 극미량 원소를 포함하는 모든 인증 원소는 ±10% 이내의 회수율을 제공했습니다. 모든 분석물질이 모든 참조물질에서 인증값을 가지고 있는 것은 아니므로 표 4의 빈 셀은 인증값이 없음을 나타냅니다.

표 5. 2배 희석된 토양 A CRM에 대한 매트릭스 스파이크(MS)/매트릭스 스파이크 반복(MSD)의 스파이킹 농도 회수율 및 상대 퍼센트 차이(RPD)

	토양 A 농도 (µg/L)	토양 A MS (µg/L)	토양 A MSD(µg/L)	토양 A MS 회수율(%)	토양 A MSD 회수율 (%)	RPD MS/MSD (%)
9Be	0.18	92.1	90.8	92	91	1.1
51V	47.4	156	158	108	111	2.7
52Cr	1.38	104	107	102	105	2.9
55Mn	52.0	156	163	104	111	6.5
59Co	1.09	96.8	94.2	96	93	3.2
60Ni	157	264	268	107	112	4.6
63Cu	157	266	266	109	109	0.0
66Zn	524	691	688	111	109	1.8
75As	93.1	184	184	91	91	0.0
78Se	4.41	99.7	98.6	95	94	1.1
95Mo	0.10	100	97.8	100	98	2.0
107Ag	0.25	97.2	91.3	97	91	6.4
111Cd	1.43	103	102	101	101	0.0
121Sb	16.5	119	120	103	104	1.0
201Hg	0.01	2.06	2.08	102	103	1.0
205Tl	0.03	103	103	103	103	0.0
Pb*	203	304	302	101	99	2.0
232Th	48.9	152	153	104	104	0.0
238U	4.82	107	108	102	103	1.0

모든 분석물질은 150µg/L의 Zn 및 2µg/L의 Hg를 제외하고 100µg/L로 스파이킹되었습니다.
*Pb는 가장 양이 많은 세가지 동위원소 206, 207, 208의 총합으로 측정했습니다.

매트릭스 스파이크 회수율

2배 희석된 토양 A에 대한 매트릭스 스파이크(MS), 매트릭스 스파이크 반복(MSD) 및 상대 퍼센트 차이(RPD) 결과가 표 5에 나와 있습니다. 토양 A에는 Na, Mg, Al, P, K, Ca, Fe 및 Ba가 100µg/L 스파이크 양보다 더 높은 농도로 포함되어 있으므로 이러한 원소에 대한 스파이크 회수율은 제공되지 않습니다. 그러나 표 4의 토양 A에 대한 CRM 회수율 결과는 이러한 모든 주 원소를 우수한 정확도로 분석할 수 있음을 보여줍니다. 다른 원소에 대한 회수율은 대부분 스파이크 농도의 ±10% 이내였으며 MS와 MSD 사이의 RPD는 10% 미만으로, 분석법의 정확성이 높음을 보여줍니다.

자동 유지보수 알림

ICP-MS의 시료 주입 시스템을 사용하여 토양 및 퇴적 분해물과 같은 복잡한 시료를 분석하기가 어려울 수 있습니다. 분석 성능을 극대화하고 계획되지 않은 기기 가동 중단을 최소화하려면 실행 시간이 아닌 측정된 용액 수를 기준으로 일상적인 유지보수 작업을 예약하는 것이 좋습니다. ICP-MS MassHunter를 통해 분석자는 기본 설정인 시료 타입별 카운터를 수락하여 기기 사용을 모니터링하고 조기 유지보수 피드백(EMF) 경고를 작동시킬 수 있습니다. 또는 시료 수나 경과 시간을 기반으로 하는 EMF 카운터를 실험실의 특정한 워크로드에 맞게 사용자 지정할 수 있습니다. ISIS 3 개별 샘플링 시스템은 콘에 도달하는 시료 매트릭스를 줄여 이러한 카운터를 더 높은 값으로 설정할 수 있게 합니다.

EMF 표시 예를 그림 3에 나타냈습니다. 너무 자주 또는 너무 드물지 않게 적시에 유지보수를 수행하면 불필요한 작업을 방지하고 기기 성능을 유지하여 분석자의 시간을 절약할 수 있습니다. 명확한 EMF 신호등 색상 코드 경고를 통해 분석자가 유지보수 일정을 최적화된 방식으로 계획할 수 있습니다.

일반적인 실행 전 성능 점검뿐만 아니라 시료 시퀀스가 완료된 다음 실행 후 점검을 실행하도록 예약할 수 있습니다. 이 성능 점검을 통해 분석자가 다음 실행 전에 콘 세척과 같은 일상적인 유지보수 작업을 수행해야 하는지 명확하게 알 수 있으므로 유지보수 일정을 보다 쉽게 계획할 수 있습니다.

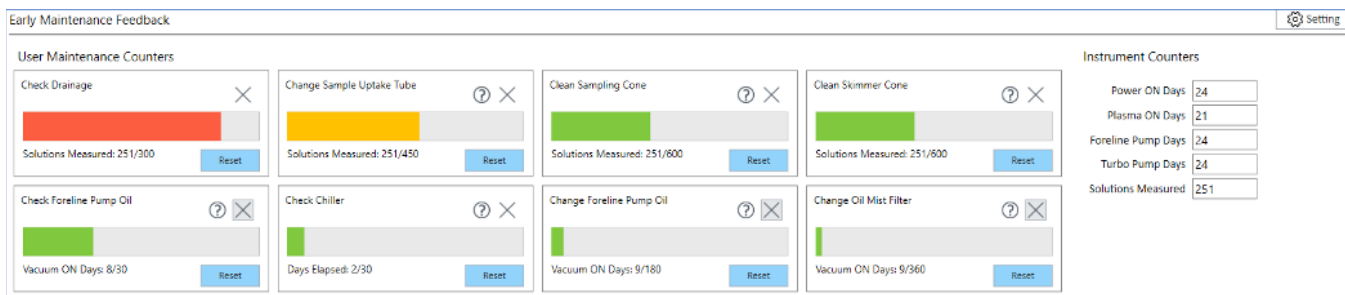


그림 3. ICP-MS 성능을 최대로 유지하기 위해 EMF는 지정된 시간이 경과한 후 또는 지정된 수의 시료를 분석한 후 인터페이스 콘 세척, 펌프 튜브 조정 또는 교체 등과 같은 유지보수 메시지를 표시합니다.

결론

ISIS 3 개별 샘플링 시스템이 장착된 Agilent 7850 ICP-MS는 토양 및 퇴적물 시료 내 여러 원소에 대한 높은 처리량 분석에 성공적으로 사용되었습니다.

ICP-MS로 매트릭스 농도가 높은 시료를 분석하면 신호 드리프트, 신호 억제, 동중원소 및 2가 전하 이온 간섭 등이 발생할 수 있습니다. 이 연구에서는 매트릭스 내성이 강한 7850 ICP-MS 플라즈마, He 충돌 모드 및 ICP-MS MassHunter 소프트웨어 기능을 이용해 이러한 문제를 해결하고 최적화된 분석 워크플로를 실현할 수 있음을 보여주었습니다.

- 많은 분석법 및 기기 설정을 사전 설정 분석법과 자동 튜닝을 이용해 로드함으로써 분석자의 작업 시간을 절약하고 분석법 개발 중 오류를 방지했습니다.
- 7850은 ISTD 안정성 결과에서 볼 수 있듯이 여러 시간에 걸쳐 매트릭스 농도가 높은 토양 분해물을 분석할 때 최적의 매트릭스 내성을 제공하는 강력한 플라즈마(낮은 CeO/Ce)를 사용합니다. 기기 안정성은 드리프트, QC 실패, 시료 재분석 및 유지보수를 줄여주므로 일상적인 고처리량 작업 환경에서 생산성을 높이는 데 중요합니다.
- IntelliQuant 데이터는 시료의 TMS를 확인하는 데 이용할 수 있을 뿐만 아니라, 시료 전처리를 최적화하고 새로운 미지 시료 타입에 맞는 플라즈마 조건을 선택하는 데 유용한 정보를 제공합니다.
- 토양 시료에는 상당한 농도의 REE가 포함될 수 있으므로 As 및 Se 측정에 자동 반 질량 모드 및 M^{2+} 보정이 사용되었습니다. 자동화된 루틴으로 분석자가 보다 간편하게 분석법을 실행할 수 있어 2가 전하 이온 간섭을 수동으로 보정할 때보다 시간이 절약됩니다.
- 5가지 퇴적물과 토양 CRM에서 측정된 모든 인증 원소는 $\pm 10\%$ 이내였고 매트릭스 스파이크는 대부분 $\pm 10\%$ 이내였습니다. 이러한 결과는 헬륨 모드에서 ORS⁴의 동중원소 간섭을 효과적으로 제어함을 보여줍니다. 처음부터 정확한 해답을 얻으면 스펙트럼 중첩의 제어 신뢰성이 떨어지는 분석 기법을 이용하는 일상적 실험실에 큰 부담을 줄 수 있는 시료 재측정 필요성이 해소됩니다.

- EMF 센서 및 카운터와 실행 후 성능 점검 기능은 유지보수가 필요할 때 분석자에게 알림을 제공하여 기기 성능을 유지하는데 도움을 줍니다. 이러한 기능은 불필요한 유지보수를 줄이고 기기 가동 중단을 방지하며 생산성을 더욱 향상시킵니다.

참고 문헌

1. Tetsuo Kubota and Dong Yan, China Soil Pollution Survey: Elemental Analysis of Soil and Sediment Digests by ICP-MS, Agilent publication, [5994-0309EN](#)
2. Tetsuo Kubota, Simple and Reliable Soil Analysis using the Agilent 7800 ICP-MS with ISIS 3, Agilent publication, [5991-8674EN](#)
3. 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](#)
4. 플라즈마 내구성 및 매트릭스 내성, Agilent ICP-MS 기술 개요, [5994-1173KO](#)
5. ICP-MS용 Agilent IntelliQuant, 애질런트 발행물, [5994-2796KO](#)
6. ICP-MS 기기의 스마트한 자체 상태 점검, 애질런트 발행물, [5994-2780KO](#)
7. ISO 분석법 17294-2를 사용한 물 내 28가지 원소에 대한 빠르고 정확한 분석, 애질런트 발행물, [5994-2804KO](#)

www.agilent.com/chem

DE44222.1528819444

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
2021년 2월 8일, 한국에서 인쇄
5994-2933KO

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_jsca@agilent.com

 **Agilent**
Trusted Answers