

분석법 HJ 776-2015에 따라 ICP-OES를 사용한 다양한 유형의 물 시료의 빠르고 강력한 분석

스마트 도구를 사용해 Agilent 5800 VDV ICP-OES의 분석 성능을 활용하기



저자

Milos Ridesic,
Agilent Technologies, Inc.

서론

깨끗하고 안전한 물은 공공 보건과 환경 보건의 기본을 담당합니다(1). 호수, 강, 저수지 등 지표수와 지하수의 순도는 식수 공급과 자연 번성에서 중요한 역할을 합니다. 그러나 이와 같은 수자원은 종종 산업 공정, 농업 활동, 하수 범람, 또는 산불이나 홍수 같은 재해 등 수로의 질에 영향을 주는 사건들로 인해 오염에 노출됩니다. 때문에 다양한 수자원의 원소 오염물질을 포함하여, 다양한 오염물질에 대한 지속적인 테스트가 필요합니다. 많은 국가 및 국제 기구에서 기업과 조직이 환경 규제 요구 사항을 충족할 수 있도록 표준 분석법을 발표하였습니다. 예를 들어, Chinese Method HJ 776-2015를 포함해, ICP-OES로 환경 수질 분석의 방향을 잡을 수 있는 여러 표준 분석법이 존재합니다(2). HJ 776-2015는 지표수, 지하수, 하수, 산업 폐수 내 32종의 원소 분석에 대해 규정하고 있습니다. 실험실은 다양한 물 시료를 분석하기 위해 폐수 분석에 필요한 선형 측정 범위(LDR)와 함께 지표수 및 지하수의 적절한 저농도 분석 방법을 필요로 합니다.

이 연구에서는 Agilent AVS(Advanced Valve System) 7 포트가 장착된 Agilent 5800 VDV(Vertical Dual View) ICP-OES를 사용하여 HJ 776-2015에 따라 다양한 물 시료를 분석했습니다. 본 연구에서 분석된 원소는 은, 알루미늄, 비소, 붕소, 바륨, 베릴륨, 비스무트, 칼슘, 카드뮴, 코발트, 크롬, 구리, 철, 포타슘, 리튬, 마그네슘, 망간, 몰리브덴, 소듐, 니켈, 인, 납, 황, 안티몬, 셀레늄, 실리콘, 주석, 스트론튬, 티타늄, 바나듐, 아연, 지르코늄입니다.

실험

기기

Agilent 5800 VDV ICP-OES에는 SeaSpray concentric nebulizer, 듀얼 패스 유리 사이클론 스프레이 챔버, 1.8mm 인젝터가 있는 Easy-fit 분리형 VDV 토치가 장착되어 있었습니다. 빠른 시료 분석과 높은 시료 처리량을 위해 Agilent AVS 7 포트 전환 밸브와 Agilent SPS 4 Autosampler를 사용하여 시료를 기기로 전달했습니다. ICP-OES의 시료 주입 시스템에 완전히 통합되어 있는 AVS 7은 고속 positive displacement 펌프를 사용하여 시료 루프를 빠르게 채우고 분석 속도를 높입니다. 또한 AVS 7은 시료 주입 시스템에 도달하는 시료 매트릭스를 줄여, 기존 시료 주입에 비해 높은 매트릭스 시료 분석 시에 유지보수 및 세척 작업을 덜 필요로 합니다. Agilent ICP Expert 소프트웨어의 다양한 스마트 도구는 실험실에서 시료를 보다 효율적으로 분석할 수 있도록 지원합니다.(3). 스마트 도구는 일일 점검 수행, 검량 표준물질과 시료 전처리, 분석법 개발, 결과 최적화 및 검증, 데이터 보고에 이르는 분석 워크플로를 간소화합니다.

- IntelliQuant는 분석가가 신속하게 정량 결과를 확인하고 정량 방법에 포함되지 않은 원소를 식별할 수 있도록 모든 샘플에 대한 준정량(semiquantitative) 데이터 세트를 수 초 내에 제공합니다(4)
- Neb Alert는 nebulizer 아르곤 압력을 모니터링하는 센서를 사용하여, nebulizer 누출 또는 막힘이 있는 경우 즉시 분석가에게 경고합니다(5)
- 사용자는 조기 유지보수 피드백을 통해 지정된 수의 샘플을 분석한 후 유지보수를 요청하도록 경고를 설정할 수 있습니다 (6). 기기 상태를 추적하고 적절한 시기에 유지보수를 수행하면 폐수와 같은 복잡한 시료에 대해서도 높은 수준의 일관된 분석 성능을 보장할 수 있습니다

환경 물 시료는 지표수의 ppb 수준 저농도에서 산업 폐수의 백분율 수준에 이르기까지, 원소를 다양한 농도로 포함하고 있는 경우가 자주 있습니다. 따라서 ICP-OES는 미지의 물 시료를 분석하는 동안 과도한 시료 희석 단계를 피하기 위해 넓은 측정 범위를 필요로

합니다. 응용에 필요한 넓은 LDR을 보장하기 위해 5800 및 5900 ICP-OES에는 Agilent Vista Chip III CCD(전하 결합 장치) 검출기가 갖춰져 있습니다. 이 검출기는 전체 파장 범위를 담당할 수 있으므로, 원소에 따라 다양한 파장을 측정하여 다양한 물 시료의 모든 농도 범위를 포괄할 수 있습니다. 넓은 측정 범위는 초과 범위 샘플을 희석하고 재측정할 필요성을 줄여주므로, 분석 시간을 많이 단축합니다.

또한 각기 다른 파장은 종종 다른 감도를 갖기 때문에 동일한 원소에 대해 파장 조합을 사용해 분석법의 측정 범위를 더욱 확장할 수 있습니다. 가장 감도가 높은 선을 선택하면 낮은 농도의 분석물질에 대해 최상의 검출 한계와 정확한 측정을 얻을 수 있습니다. 다른 한편, 감도가 낮은 선을 사용하면 동일한 측정에서 고농도 분석물질을 측정할 수 있습니다.

ICP Expert 소프트웨어의 MultiCal 기능은 원소에 대한 여러 검량 범위를 생성하여 검출의 측정 범위를 확장합니다. 그림 1은 최대 10,000ppm까지의 선형 검량을 제공하여, 2개의 파장이 어떻게 Zn에 사용되었는지 보여줍니다. 파장은 저농도 결과의 경우 Zn 213.857nm(axial), 고농도 결과의 경우 Zn 334.502nm(axial)를 포함했습니다.

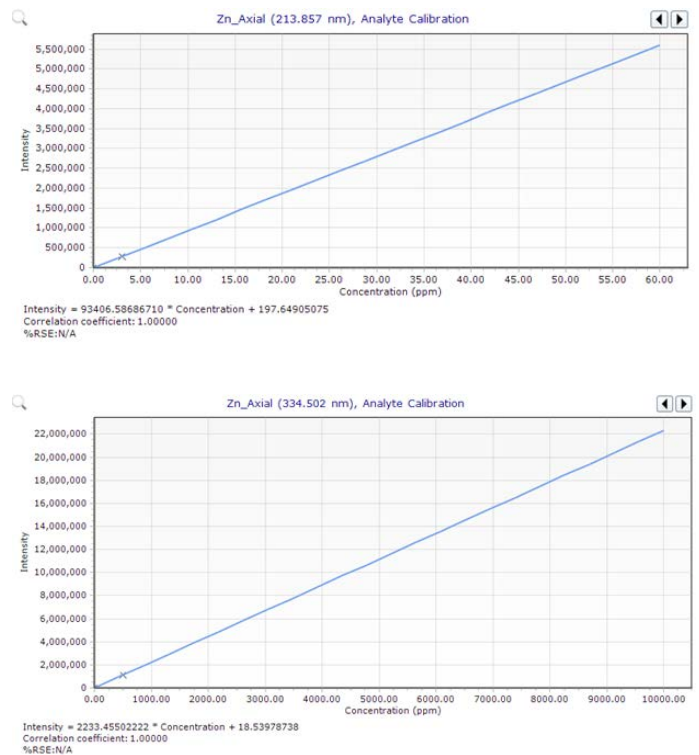


그림 1. 이 예에서 MultiCal은 Zn 213.857nm(axial)를 사용하여 최대 60mg/L (상단)의 농도를 측정하고, 선형적으로 최대 10,000mg/L(하단)까지의 보다 높은 농도에 대해서는 334.502nm(axial) 라인을 사용합니다.

매트릭스 효과를 보정하기 위해 내부 표준물질(5mg/L의 이트륨)을 사용했습니다. 5800 VDV ICP-OES 작동 조건 및 AVS 7 파라미터는 표 1과 2에 정리되어 있습니다.

표 1. Agilent 5800 VDV ICP-OES 작동 조건.

파라미터	Axial	Radial
판독 시간(초)	10	2
반복 횟수	3	
안정화 시간(초)	8	0
펌프 속도(rpm)	12	
RF 파워(kW)	1.5	
Aux 유속(L/분)	1	
플라즈마 유속(L/분)	12	
Nebulizer 유속(L/분)	0.7	
관측 높이(mm)	NA	10
시료 펌프 튜브	흰색/흰색	
내부 표준 펌프 튜브	검정색-검정색	
폐기물 펌프 튜브	파란색-파란색	
백그라운드 보정	피팅	

표 2. AVS 7 전환 밸브 파라미터.

파라미터	설정
시료 루프 크기(mL)	1
펌프 속도 - 흡입(mL/min)	36.0
펌프 속도 - 주입(mL/분)	5.0
밸브 흡입 지연(초)	4.5
버블 주입 시간(초)	2.0
선제적 행균 시간(초)	1.0

표준물질 및 시료

2개의 인증 표준물질(CRM)을 사용해 분석법을 검증하였습니다. 인증된 폐수 - 극미량 금속 솔루션 D(CWW-TM-D)(고순도 표준물질, 미국 사우스 캐롤라이나주 찰스턴), NCS ZC 76307(China National Analysis of Iron and Steel, 중국 베이징). 분석법 개발의 일환으로 가정폐수 시료도 함께 분석하였습니다.

시료 전처리

CRM 및 가정폐수 샘플은 HJ 776에 설명된 지침에 따라 전처리되었습니다(2). HJ 776은 전처리 전에 HJ 678-2013에 설명된 산 마이크로웨이브 분해 절차를 통해 시료를 1% 질산 용액 내에서 산성화할 것을 권장합니다. 분해 용기에 시료 25mL를 첨가한 후, 1mL의 30% 과산화수소(Emsure, Merck), 5mL의 질산(Emsure, Merck)을 첨가하였습니다. 그 후 용액을 CEM MARS 6 Microwave Digestion System(CEM Corporation, NC, USA)을 사용해 표 3에 설명된 온도 프로그램에 따라 분해하였습니다. 분해물은 18.5 MΩ 탈이온수(DI)(Milli-Q IQ 7010 Water Purification System)를 사용해 50mL 부피로 희석하여 10% 질산의 최종 매트릭스가 생성되었으며, 희석계수는 2.02였습니다.

표 3. 산 마이크로웨이브 분해를 위한 온도 프로그램.

파라미터	설정
전력(W)	1200
온도(°C)	180
램핑 시간(분)	10
유지 시간(분)	15

검량

작업 검량 표준물질의 농도는 표 4에 나와 있습니다. 모든 표준물질은 애질런트 단일 원소 원액을 10% 질산 매트릭스에서 전처리하여 준비했습니다. 원소들은 화학적 호환성에 따라 그룹화되었습니다. 모든 원소의 가장 높은 표준물질 농도가 250mg/L 또는 500mg/L이었으므로, 침전 형성을 방지하기 위해 특히 주의를 기울였습니다. 예를 들어, 고농도에서 As와 Zr를 첨가하면 침전이 형성됩니다. 모든 파장은 1개 또는 2개 지점 검량을 사용했습니다. 극미량 측정을 위해 가장 낮은 수준의 검량 지점이 필요했습니다. 가장 높은 농도 지점인 250 또는 500mg/L는 HJ 776에 설명된 가이드라인을 반영합니다.

표 4. 작업 검량 표준물질의 농도.

원소	표준물질 1 (mg/L)	표준물질 2 (mg/L)	표준물질 3 (mg/L)	표준물질 4 (mg/L)	표준물질 5 (mg/L)	표준물질 6 (mg/L)	표준물질 7 (mg/L)	표준물질 8 (mg/L)
Ag	2					250		
Al	0.6		250					
As	1				500			
B	0.6			250				
Ba	0.6			250				
Be	0.15					250		
Bi	0.6					250		
Ca		0.6	250					
Cd	0.15			250				
Co	0.6					250		
Cr	0.6					250		
Cu	0.6					250		
Fe	0.6		250					
K		20	500					
Li		15	500					
Mg		0.6	500					
Mn	0.6					500		
Mo	0.6							500
Na		20	500					
Ni	0.6					500		
P	0.6		500					
Pb	0.6				500			
S	0.6					500		
Sb	1			500				
Se	1					500		
Si	0.6			250				
Sn				2			500	
Sr		0.6	500					
Ti	0.6					250		
V	0.6					500		
Zn	3				500			
Zr	0.6						500	

선형 측정 범위(Linear Dynamic Range, LDR)

표 5에 기재된 LDR 농도는 각 원소/파장에 대해 측정된 최고 농도에 해당됩니다. 모든 원소에 대한 선형 농도는 HJ 776 분석법에 기재된 규정 농도를 충족했습니다.

표 5. 측정된 모든 파장에 대한 선형 측정 범위 농도.

원소, 파장(nm), 관측 모드	LDR 농도 (mg/L)	원소, 파장(nm), 관측 모드	LDR 농도 (mg/L)
Ag 328.068 Axial	250	Mn 259.372 Axial	60
Al 396.152 Axial	30	Mn 260.568 Radial	1000
Al 237.312 Axial	10000	Mo 202.032 Axial	250
As 188.980 Axial	500	Mo 277.539 Axial	1000
As 234.984 Axial	2500	Na 588.995 Axial	60
B 249.772 Axial	250	Na 588.995 Radial	1000
Ba 455.403 Axial	15	Ni 221.648 Axial	125
Ba 389.178 Axial	750	Ni 231.096 Axial	500
Be 234.861 Axial	30	P 214.914 Axial	750
Be 249.473 Axial	1000	Pb 220.353 Axial	500
Bi 223.061 Axial	1000	S 180.669 Axial	750
Ca 393.366 Axial	7	Sb 217.582 Axial	750
Ca 315.887 Axial	1000	Se 196.026 Axial	500
Cd 214.439 Axial	15	Si 251.611 Axial	250
Cd 226.502 Radial	1000	Si 185.005 Axial	500
Co 238.892 Axial	125	Sn 189.925 Axial	250
Co 230.786 Axial	500	Sn 181.059 Axial	750
Cr 205.560 Axial	60	Sr 407.771 Axial	5
Cr 266.342 Axial	1000	Sr 346.445 Axial	500
Cu 324.754 Axial	250	Ti 334.941 Axial	60
Fe 238.204 Axial	30	Ti 334.941 Radial	750
Fe 240.489 Radial	2500	V 268.796 Axial	250
K 766.491 Axial	30	V 290.644 Axial	1000
K 766.491 Radial	7500	Zn 213.857 Axial	60
Li 670.783 Axial	15	Zn 334.502 Axial	10000
Li 610.365 Radial	2500	Zr 343.823 Axial	125
Mg 279.553 Axial	7	Zr 327.927 Axial	500
Mg 279.800 Axial	1000		

조기 유지보수 피드백(EMF)

폐수와 같이 복잡한 시료 유형을 분석하는 것은 분석을 장기간 수행할 경우, ICP-OES의 시료 주입 시스템에 부담이 될 수 있습니다. 5800 기기에는 기기 사용량 기반 매트릭스에 경고를 설정할 수 있는, 조기 유지보수 피드백(EMF)으로 불리는 기능이 포함되어 있습니다(6). 언제 시료 주입 구성품을 세척할지, 펌프 튜브를 교체할지, 프리옵틱스 창을 세척하고 교체할지, 전환 밸브를 세척할지, 파장 검량을 수행할지 등 분석가에게 다양한 경고를 주도록 설정이 가능합니다(그림 2). 고정된 시간 간격이 아니라 사용량에 근거해 분석가에게 알림을 제공하는 것은 유지보수가 필요할 때만 수행될 수 있다는 뜻입니다.

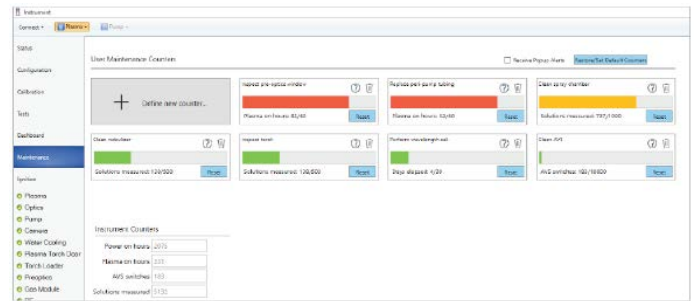


그림 2. EMF 시스템은 중요한 기기 파라미터를 모니터링하여 최적의 분석 성능을 유지하고 시료 재측정을 줄입니다.

백그라운드 보정

ICP Expert 소프트웨어에는 Fitted Background Correction(FBC)을 비롯해 사용이 쉬운 여러 백그라운드 보정 기법이 포함되어 있으며, 이는 간단한 백그라운드나 복잡한 백그라운드 모두에 적합한 백그라운드 보정을 제공합니다(7). 폐수 시료를 분석하는 동안 백그라운드 구조에서 간섭이 발생할 가능성이 높기 때문에 이 연구에서는 보다 정확한 측정을 위해 FBC를 사용했습니다. FBC 알고리즘과 Vista Chip III 검출기의 조합은 분석가의 개입이나 분석법 개발 없이 백그라운드 구조를 정확하게 보정합니다. 모든 파장은 FBC를 사용해 보정하였습니다. FBC를 사용한 P 214.914nm에 대한 자동 백그라운드 보정 사례는 그림 3에 나와 있습니다.

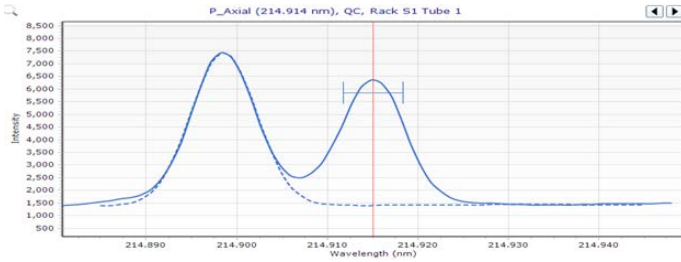


그림 3. FBC는 자동으로 P 214.914(axial)의 왼쪽에 인접한 Cu 피크를 보정했습니다.

IntelliQuant

ICP Expert 소프트웨어의 IntelliQuant 기능은 ICP-OES를 위한 고속 준정량 데이터 수집 루틴입니다. IntelliQuant는 모든 시료에 대해 167~785nm의 전체 스펙트럼 범위에서 데이터를 수집하여, 포괄적인 데이터 세트를 제공합니다. IntelliQuant 스캔은 정량 분석법의 일부로서 수행될 때, 시료 또는 분석법에 관하여 귀중한 추가 정보를 제공합니다. 예를 들어 IntelliQuant는 각 파장에 대해 자동 소프트웨어 배정 별점 시스템을 사용해 최종 보고서에 사용할 최적의 파장을 권장합니다.

그림 4에서 Ba 455.403nm은 별점 5개, Ba 493.408nm은 단 1개의 별점 등급을 받았습니다. "?" 위로 마우스를 가져가면 사용자에게 Ba 493.408nm에 대한 별점이 좋지 않은 이유가 제공됩니다. 이 사례에서는 Fe 493.401nm가 Ba 493.408nm를 간섭하였습니다. 따라서 이 라인은 정량 분석에 보고되지 않도록 권장되었습니다. 마지막으로 Ba 455.403nm에 녹색 표시가 지정되었으며, 이는 이것이 Ba에 대해 보고할 최적의 파장으로 지정되었음을 의미합니다.

Element Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
Ba	✓	455.403	★★★★★	59.248446	32308599.5	98781.0
		493.408	* ?	98.713763	38740761.4	210168.0
	Analyte: Ba(493.408)			64.357478	1287670.1	7013.4
	Confidence: very weak			88.112577	18655604.3	321399.1
	Interference: Fe(493.401)			61.704571	198226.4	10146.7
Confidence: very strong			59.176544	86549.3	3022.6	
Be						

그림 4. IntelliQuant는 정량 분석을 위해 보고할 최적의 파장을 추천할 뿐 아니라, 특정 파장을 피해야 하는 이유에 대한 정보도 제공할 수 있습니다.

결과 및 토의

분석법 검출 한계(MDL)

MDL은 분석법 바탕용액 10회 반복 측정의 3 시그마를 기초로 계산되었습니다. 표 6의 결과는 2개의 서로 다른 5800 ICP-OES 기기에서 2일 연속 6회 분석한 결과의 평균치입니다.

CRM 및 매트릭스 첨가(MS) 회수율 테스트

표 7의 CWW-TM-D 및 NCS ZC 76307의 회수율 결과는 5800 ICP-OES를 사용한 3회 분석 수행의 평균치를 기초로 하고 있습니다. 모든 원소는 예상치의 ±10% 수준에서 회수되었습니다.

CRM에 포함되지 않았지만 HJ 776에서 요구하는 원소의 측정 정확성을 측정하기 위해 스파이크 회수율 테스트를 수행했습니다. 분해 후에 CWW-TM-D를 각 원소의 적절한 농도로 첨가하였습니다. 표 8에 나와 있듯이, 모든 회수율은 스파이크 농도의 ±10%로 나타났습니다. 결과는 1대의 기기에서 수행한 3회 분석의 평균치입니다.

표 6. 모든 파장의 MDL.

원소, 파장(nm), 관측 모드	용액 내 MDL (µg/L)	시료 내 MDL (µg/L)	HJ 776 요건 (µg/L)	원소, 파장(nm), 관측 모드	용액 내 MDL (µg/L)	시료 내 MDL (µg/L)	HJ 776 요건 (µg/L)
Ag 328.068 Axial	0.588	1.19	20.0	Mn 259.372 Axial	0.0965	0.195	4.00
Al 396.152 Axial	1.99	4.02	9.00	Mn 260.568 Radial	2.27	4.59	
Al 237.312 Axial	11.8	23.8		20.0	Mo 202.032 Axial	0.741	1.50
As 188.980 Axial	3.64	7.34	Mo 277.539 Axial		2.13	4.31	
As 234.984 Axial	11.9	24.1	Na 588.995 Axial		10.7	21.7	30.0
B 249.772 Axial	0.571	1.15	10.0	Na 588.995 Radial	254	513	
Ba 455.403 Axial	0.0490	0.0990	2.00	Ni 221.648 Axial	0.602	1.22	7.00
Ba 389.178 Axial	1.42	2.87		Ni 231.096 Axial	3.64	7.36	
Be 234.861 Axial	0.0416	0.0840	8.00	P 214.914 Axial	5.79	11.7	40.0
Be 249.473 Axial	3.28	6.63		Pb 220.353 Axial	3.74	7.55	70.0
Bi 223.061 Axial	6.94	14.0	40.0	S 180.669 Axial	5.37	10.8	520
Ca 393.366 Axial	0.170	0.343	20.0	Sb 217.582 Axial	4.88	9.86	60.0
Ca 315.887 Axial	2.80	5.65		Se 196.026 Axial	7.80	15.8	30.0
Cd 214.439 Axial	0.109	0.219	5.00	Si 251.611 Axial	1.94	3.92	20.0
Cd 226.502 Radial	2.17	4.39		Si 185.005 Axial	3.49	7.06	
Co 238.892 Axial	0.613	1.24	10.0	Sn 189.925 Axial	1.36	2.74	40.0
Co 230.786 Axial	0.698	1.41		Sn 181.059 Axial	9.52	19.2	
Cr 205.560 Axial	0.518	1.05	30.0	Sr 407.771 Axial	0.0187	0.0379	10.0
Cr 266.342 Axial	3.63	7.32		Sr 346.445 Axial	2.61	5.28	
Cu 324.754 Axial	1.13	2.28	6.00	Ti 334.941 Axial	0.162	0.327	20.0
Fe 238.204 Axial	0.344	0.695	2.00	Ti 334.941 Radial	1.66	3.36	
Fe 240.489 Radial	10.1	20.3		50.0	V 268.796 Axial	0.868	1.75
K 766.491 Axial	5.47	11.1	V 290.644 Axial		2.17	4.39	
K 766.491 Radial	212	428	Zn 213.857 Axial		0.291	0.587	4.00
Li 670.783 Axial	1.46	2.96	9.00	Zn 334.502 Axial	13.7	27.6	
Li 610.365 Radial	22.3	45.0		Zr 343.823 Axial	0.507	1.02	10.0
Mg 279.553 Axial	0.0248	0.0501	3.00	Zr 327.927 Axial	1.13	2.28	
Mg 279.800 Axial	2.61	5.28					

표 7. 2개 CRM의 분석에 대한 회수율 결과.

원소, 파장(nm), 관측 모드	CWW-TM-D			NCS ZC 76307		
	측정치(mg/L)	예상치(mg/L)	회수율(%)	측정치(mg/L)	예상치(mg/L)	회수율(%)
Ag 328.068 Axial	0.238	0.250	95.3			
Al 396.152 Axial	0.979	1.00	97.9			
Al 237.312 Axial	0.958	1.00	95.8			
As 188.980 Axial	0.256	0.250	103			
As 234.984 Axial	0.238	0.250	95.3			
B 249.772 Axial	1.03	1.00	103			
Ba 455.403 Axial	0.932	1.00	93.2			
Ba 389.178 Axial	0.953	1.00	95.3			
Be 234.861 Axial	0.232	0.250	93.0			
Be 249.473 Axial	0.232	0.250	92.9			
Cd 214.439 Axial	0.230	0.250	92.2	0.1049	0.1055	99.49
Cd 226.502 Radial	0.231	0.250	92.2	0.1037	0.1055	98.36
Co 238.892 Axial	0.918	1.00	91.8			
Co 230.786 Axial	0.971	1.00	97.1			
Cr 205.560 Axial	0.962	1.00	96.2	0.5592	0.5232	106.9
Cr 266.342 Axial	0.989	1.00	98.9	0.5478	0.5232	104.7
Cu 324.754 Axial	0.938	1.00	93.8	1.086	1.034	105.0
Fe 238.204 Axial	0.960	1.00	96.0			
Fe 240.489 Radial	1.02	1.00	102			
Mn 259.372 Axial	0.956	1.00	95.6			
Mn 260.568 Radial	0.994	1.00	99.4			
Mo 202.032 Axial	0.936	1.00	93.6			
Mo 277.539 Axial	0.970	1.00	97.0			
Ni 221.648 Axial	0.931	1.00	93.1	0.5288	0.5232	101.1
Ni 231.096 Axial	0.954	1.00	95.4	0.5447	0.5232	104.1
Pb 220.353 Axial	1.02	1.00	102	1.101	1.044	105.4
Sb 217.582 Axial	0.261	0.250	104			
Se 196.026 Axial	0.251	0.250	100			
Sr 407.771 Axial	0.990	1.00	99.0			
Sr 346.445 Axial	1.04	1.00	104			
V 268.796 Axial	0.979	1.00	97.9			
V 290.644 Axial	0.995	1.00	99.5			
Zn 213.857 Axial	0.963	1.00	96.3	5.600	5.212	1.074
Zn 334.502 Axial	0.916	1.00	91.6	5.466	5.212	1.049

표 8. CWW-TM-D CRM의 매트릭스 스파이크 회수율.

원소, 파장(nm), 관측 모드	측정된 시료 (mg/L)	스�파이크 농도 (mg/L)	측정된 스파이크 시료 (mg/L)	회수율 (%)
Bi 223.061 Axial	<MDL	0.485	0.481	99.2
Ca 393.366 Axial	0.00701	0.507	0.519	101
Ca 315.887 Axial	0.00727	0.511	0.523	101
K 766.491 Axial	<MDL	19.5	19.8	101
K 766.491 Radial	<MDL	18.5	18.7	101
Li 670.783 Axial	0.00160	14.9	15.1	101
Li 610.365 Radial	<MDL	13.5	13.6	101
Mg 279.553 Axial	0.00652	0.491	0.496	99.7
Mg 279.800 Axial	<MDL	0.496	0.500	101
Na 588.995 Axial	<MDL	19.5	19.6	101
Na 588.995 Radial	<MDL	20.1	20.4	101
P 214.914 Axial	0.0182	0.495	0.501	97.6
S 180.669 Axial	<MDL	0.525	0.529	101
Si 251.611 Axial	0.140	0.514	0.661	102
Si 185.005 Axial	0.133	0.508	0.659	104
Sn 189.925 Axial	<MDL	0.475	0.474	99.7
Sn 181.059 Axial	<MDL	0.491	0.486	99.1
Ti 334.941 Axial	0.0365	0.491	0.529	100
Ti 334.941 Radial	0.0358	0.479	0.520	101
Zr 343.823 Axial	0.00444	0.484	0.498	102
Zr 327.927 Axial	0.00307	0.507	0.524	103

장기 안정성

5800 VDV ICP-OES의 안정성을 평가하기 위해 기기를 재검량하지 않고 7.5시간의 분석을 완료했습니다. 10개의 가정폐수 시료 분석 후 실험실에서 만든 QC를 측정하였습니다. 그림 5는 35개의 QC 측정에서 얻은 모든 원소의 회수율을 보여줍니다. 모든 결과가 첫 번째 QC 판독값의 10%로 나타났으며, 모든 파장의 %RSD는 2.3% 미만이었습니다.



그림 5. 7시간에 걸쳐 매 10개 시료마다 분석된 QC 시료의 회수율을 보여주는 장기 안정성.

Neb Alert

폐수와 같은 고 매트릭스 시료는 ICP-OES의 시료 주입 시스템, 특히 nebulizer와 같은 부분에 결정 입자의 증착을 야기할 수 있습니다. 부분적이거나 완전한 nebulizer의 막힘 현상은 시료가 플라즈마로 향하는 흐름을 불균일하게 만들어, 데이터의 정확성과 정밀성에 악영향을 끼칩니다. 5800 및 5900 ICP-OES 기기의 "Neb Alert" 기능은 nebulizer의 막힘으로 인한 시료 재측정을 방지하기 위해 분석 중에 nebulizer의 역압(backpressure)을 모니터링하는 스마트 센서를 사용합니다(그림 6). 분석가는 막힘 가능성이 있는 경우에 경고를 받게 되므로, 잠재적으로 잘못된 데이터를 계속해서 수집하는 대신 nebulizer를 세척할 수 있습니다. Nebulizer 가스 라인의 누출 또한 Neb Alert 내의 경고를 트리거합니다.

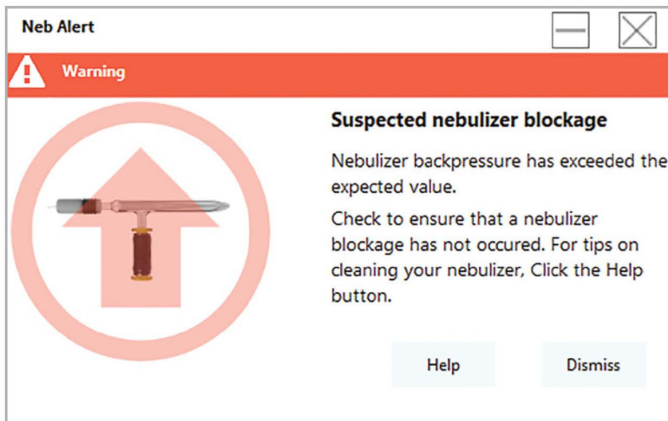


그림 6. Neb Alert 기능은 nebulizer 역압이 예상치를 초과할 때 경고를 트리거합니다.

결론

이 연구는 AVS 7 전환 밸브를 갖춘 Agilent 5800 VDV ICP-OES가 Chinese National Standard HJ 776에 따라 다양한 유형의 물 시료 분석을 효과적으로 수행할 수 있음을 보여줍니다. AVS 7은 VDV 토치에 대한 유지보수 요건을 줄이고 시료 간 측정 시간을 57초로 단축해 생산성을 향상시킵니다.

5800 ICP-OES는 HJ 776-2015에 설명된 성능 요건을 충족시켰습니다. Vista Chip III 검출기와 MultiCal 소프트웨어의 조합을 통해, 5800은 모든 원소에 대한 선형 측정 범위 요구 사항을 충족했습니다. 모든 원소의 MDL은 HJ 776 분석법에서 규정한 MDL 미만으로 나타났으며, CRM과 매트릭스 첨가의 우수한 회수율을 통해 정확성 또한 높게 나타났습니다. 또한 5800은 7.5시간의 QC 회수율 테스트를 통해 뛰어난 안정성을 보였습니다.

www.agilent.com

DE44417.684837963

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
2021년 8월 10일, 한국에서 발행
5994-3905KO

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

ICP Expert 소프트웨어를 위해 개발된 스마트 소프트웨어 도구는 폐수 시료에 대한 믿을 수 있는 고품질의 5800 ICP-OES 결과를 보장했습니다.

- MultiCal은 작업자가 단일 원소에 대해 여러 검량을 사용할 수 있도록 하기 때문에, 정확한 저농도 측정과 고농도까지의 확장된 측정 범위를 다루는 데 아무런 문제가 없습니다
- 기기 성능을 극대화하고 예상치 못한 가동 중단 발생을 최소화하기 위해 EMF 기능을 통하여 시료 분석 횟수에 따른 유지보수 작업 알림을 받을 수 있습니다
- 각 파장의 별점에 기초한 최종 정량 분석 보고서에 포함시킬 최적의 파장을 권장/확인하기 위해 IntelliQuant를 사용하였습니다
- 분석가는 nebulizer 역압을 모니터링하는 스마트 센서의 도움을 받아 nebulizer와 관련된 모든 문제에 관한 경고를 받을 수 있습니다. 이 Neb Alert 기능은 폐수와 같은 고 매트릭스 시료의 분석에 유용하며, 시료 재측정 시간을 절약해 줄 수 있습니다

참고 문헌

1. World Health Organisation, Water, sanitation and hygiene (WASH), accessed July 2021, <https://www.who.int/health-topics/water-sanitation-and-hygiene-wash>
2. Chinese Water Quality Standard: HJ 776-2015, Determination of 32 elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry, accessed July 2021, <https://www.chinesestandard.net/PDF/English.aspx/HJ776-2015>
3. Agilent ICP Expert Software: Powerful software with smart tools for ICP-OES, Agilent publication, [5994-1517KO](#)
4. Early Maintenance Feedback for ICP-OES, Programmed notifications of instrument maintenance requirements, Agilent publication [5994-2164EN](#)
5. Agilent IntelliQuant 소프트웨어: 보다 우수한 시료 인사이트 및 간소화된 분석법 개발, 애질런트 발행물, [5994-1516KO](#)
6. Neb Alert for ICP-OES: Automatic notification of nebulizer problems, Agilent publication [5991-8452EN](#)
7. Fitted Background Correction (FBC): Fast, accurate and fully automated background correction, Agilent publication [5991-4836EN](#)