

2019년 8월. 제77호



1 페이지

ICP-MS로 고품질 데이터를 얻기 위한 조건 최적화

2 ~ 3 페이지

LA-ICP-QQQ를 이용한 피부 조직 내의 Gd에 대한 고분해능 원소 바이오 이미징

4 ~ 5 페이지

ICP-MS/MS에서 단순하고 일관된 분석법을 설정하기 위한 도구와 기술

6 페이지

애질런트가 무기 화학 표준물질 포트폴리오 확장

7 페이지

애질런트는 콘 비교 연구를 위해 ICP-MS 인터페이스 콘 테스트 수행

8 페이지

주문형 웨비나; 최신 ICP-MS 문헌

ICP-MS로 고품질 데이터를 얻기 위한 조건 최적화

Ed McCurdy, Agilent Technologies Inc.

본 ICP-MS 저널에서, 우리는 ICP-MS를 사용하여 얻은 분석 결과의 품질에 영향을 줄 수 있는 몇 가지 요소를 살펴봅니다.

호주의 연구원들은 ICP-QQQ의 향상된 감도와 우수한 간섭 제거 능력을 통해 훨씬 더 높은 분해능으로 레이저 이미징 분석을 할 수 있음을 입증했습니다.

또한 ICP-QQQ를 사용한 어려운 응용 분석을 위해 최적의 MS/MS 모드 조건을 식별하는 데 분석법 설정 도구가 어떤 도움을 주는지도 보여드립니다.

ICP-MS의 성능은 본 문장 7페이지에 나타낸 바와 같이 검량 표준물질, QC 용액, 샘플링 및 스키머 콘의 품질에 따라 달라집니다.



그림 1. Agilent 8900 QQQ ICP-MS

LA-ICP-QQQ를 이용한 피부 조직 내의 Gd에 대한 고분해능 원소 바이오 이미징

David Clases^{1,2}, Stefanie Fingerhut¹, Astrid Jeibmann³, Michael Sperling^{1,4}, Philip Doble², Uwe Karst¹

¹University of Münster, Institute of Inorganic and Analytical Chemistry, ²Elemental Bioimaging Facility, University of Technology Sydney, ³University Hospital Münster, Institute of Neuropathology, ⁴European Virtual Institute for Speciation Analysis (EVISA)

서론

가돌리늄 기반 조영제(GBCA)는 자기공명 이미징(MRI) 스캔의 대조도를 향상시키기 위해 정맥으로 주사되는 약물입니다. 생물학적 조직에 GBCA로부터 유래된 가돌리늄(Gd)의 잔류는 지난 10년 동안 광범위한 관심을 불러일으켰습니다(1, 2). 신장 기능에 장애가 있는 환자는 GBCA 투여 후 신성전신성섬유증(NSF)에 걸릴 위험이 증가됩니다. NSF의 가장 분명한 징후는 피부의 섬유증과 괴사이지만 뇌를 포함한 기타 기관도 영향을 받을 수 있습니다. GBCA에서 Gd가 방출된 후 인산칼슘과 함께 석출되어 작은 불용성 플라크를 형성하는 금속치환 프로세스가 일어난다는 것이 현재 생각되는 메커니즘입니다. 이 플라크가 섬유증을 유발하는 것으로 의심됩니다(2).

실험

시료 전처리: 2013년 4월, 25세 여성 환자로부터 NSF 피부 시료를 얻었습니다. 이 환자는 2002년과 2005년에 각각 Gd-DTPA와 Gd-HP-DO3A로 MRI 검사를 받았습니다. 섬유증 피부 부위가 포함된 시료를 즉시 동결시킨 다음, 20µm 두께의 조직 절편으로 잘라 현미경 슬라이드에 올려 분석하였습니다.

검량: 뇌 조직에서 Gd 및 기타 관련 원소를 정량하기 위해 매트릭스 매치 양의 뇌 조직을 정해진 양의 원소 표준물질로 스파이킹했습니다. 각 스파이킹된 뇌 조직 표준물질을 20µm의 절편으로 잘라 현미경 슬라이드에 놓았습니다. 뇌 표준 스파이크 시료의 교차 정량을 위해 조직 절편을 1mL 30% ~ 32% H₂O₂ 및 4mL 70% HNO₃에서 분해하고 Agilent 7500cx ICP-MS에서 기존 액체 시료 주입법을 적용하여 분석했습니다(3). 관심 대상 원소와 해당 검량 표준물질의 레벨은 표 1에 나와 있습니다.

표 1. 양의 뇌로 제작된 매트릭스 매치 조직 절편에서 검량된 원소 레벨. 단위: µg/g

레벨	P*	Ca	Fe	Zn	Gd
1	0	37.7	15.3	11.3	0.00
2	0.001	43.0	16.5	11.4	0.21
3	0.01	48.7	19.0	14.9	2.21
4	1	64.1	37.5	24.0	10.6
5	10	86.4	59.8	36.1	21.1

* 매트릭스 매치 조직 표준물질 내 높은 백그라운드 레벨의 P가 나타남에 따라 ICP-QMS 대비 ICP-QQQ의 이점을 입증하기 위해 액체 표준물질을 분석할 필요가 생겼습니다.

기기: 신형 Wave Research NWR193 레이저 제거 유닛 (Kennelec Scientific, Victoria, Australia)과 Agilent 8800 QQQ ICP-MS(ICP-QQQ)를 결합 사용하였으며 비교를 위해 Agilent 7700 ICP-MS도 사용하였습니다. ICP-QQQ 분석법의 경우, 산소 셸 가스가 사용되었고 +16 u mass shift 산화물 이온으로 P 및 Gd를 모니터링했습니다. On-mass 조건하에 Ca, Fe 및 Zn도 모니터링했습니다. 7700 ICP-MS 튜닝은 Lear 등의 연구에 따라 개발되었습니다(4). 양(λ)의 뇌 표준물질은 LA-ICP-MS 및 LA-ICP-QQQ를 사용해 분석했습니다. 양의 뇌에서 내인성 P 백그라운드가 높기 때문에 수성 검량 표준물질과 비교하여 피부 절편의 P 농도를 정량하였습니다. Robin Schmid(University of Münster)의 이미징 소프트웨어를 사용하여 원소 분포 이미지를 처리했습니다.

결과 및 토의

LA-ICP-QQQ 및 LA-ICP-MS를 사용하여 얻은 데이터를 비교한 결과, 그림 1과 같이 LA-ICP-QQQ에서 모든 원소의 검출 한계가 향상된 것으로 나타났습니다. P의 경우, ICP-QQQ를 사용했을 때 LOD가 16배 개선되었습니다. ICP-QQQ 사용 시 Gd의 백그라운드 신호가 0으로 떨어짐으로 개별 Gd 이온 카운팅 이벤트를 측정할 수 있었습니다. LA-ICP-MS 대비, LA-ICP-QQQ에서 Gd LOD가 6배 향상되었습니다.

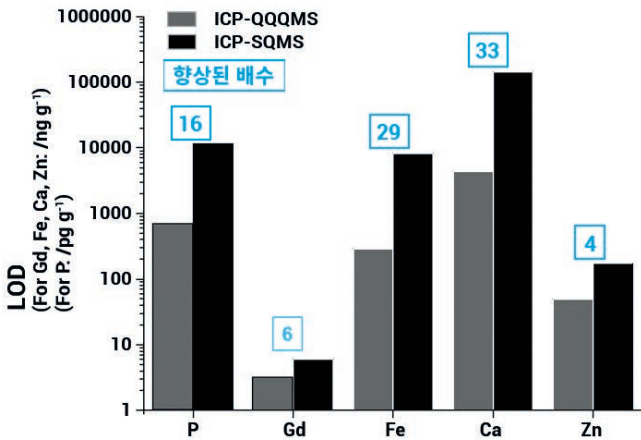


그림 1. ICP-QQQ 및 ICP-MS로 얻은 LOD에 대한 비교

NSF 피부 조직에서 Gd 연구 영역: NSF 피부 조직에서 Gd 및 관련 원소를 분석했습니다. 먼저 피부 생검 절편을 200µm/s의 레이저 스캔 속도와 50µm의 레이저 빔 영역에서 분석했습니다. 이 개관적 수집은 피하 조직의 Gd 레벨이 높다는 것을 보여줍니다. 이어서 동일한 상태의 조직 절편을 보다 높은 분해능으로 분석했습니다.

고분해능 이미징: 레이저 영역(이로 인해 얻은 공간 분해능)은 LOD와 반비례됩니다. 참고 문헌 5에서 설명한 바와 같이, LA-ICP-QQQ를 사용했을 때 Gd에 대한 LOD가 개선됨에 따라 고분해능 이미지를 얻을 수 있었습니다. 이 원소 분포 데이터는 20µm/s의 레이저 스캔 속도와 5µm의 레이저 빔 영역에서 얻었습니다.

고분해능 이미지를 통해 약 50µm의 직경 범위에서 Gd, Ca, P 및 Zn가 서로 관련된 열점(hotspots)들을 볼 수 있었습니다. Fe 분포는 상관 관계가 없는 것으로 밝혀졌습니다. 관심 영역 전체에서 대부분의 Gd는 소량의 침적물 내에 위치했고 중앙에서 Gd 레벨이 100µg/g을 넘었습니다. 모양과 위치의 상관 관계로부터 Gd가 인산 칼슘 및 인산 아연과 함께 공침 되었음을 알 수 있습니다. 침적물 중심에서 Gd 레벨이 가장 높은 것으로 나타났으며, 테두리에서는 P와 Ca의 비율이 높은 것으로 나타났습니다. 이는 Gd/Ca 인산염 침적물이 핵형성 중심으로 작용하여 후속 결정 성장을 촉진한다는 것을 표시합니다.

결론

LA-ICP-QQQ의 개선된 검출 한계 덕분에 직경이 약 50µm인 Gd, P, Ca 및 Zn의 소량 침적물을 분석하기 위한 공간 분해능은 개선되었습니다. 매트릭스 매치 조직 표준물질을 사용하여 Gd를 검량한 결과, 이러한 침적물 내에서 Gd가 100µg/g을 초과하는 것으로 밝혀졌습니다. 이 데이터는 Gd가 인산 칼슘 및 인산 아연과 공침하여 섬유증을 유발할 수 있는 플라크를 형성한다는 가설을 뒷받침합니다.

참고문헌

1. FDA Drug Safety Communication, FDA warns that gadolinium-based contrast agents (GBCAs) are retained in the body; requires new class warnings, 2018, <https://www.fda.gov/drugs/drug-safety-and-availability/fda-drug-safety-communication-fda-warns-gadolinium-based-contrast-agents-gbcas-are-retained-body>
2. D. Clases, M. Sperling and U. Karst, *TrAC - Trends Anal. Chem.*, **2018**, 104, 135–147.
3. D. J. Hare, J. Lear, D. Bishop, A. Beavis and P. A. Doble, *Anal. Methods*, **2013**, 5, 1915–1921.
4. J. Lear, D. J. Hare, F. Fryer, P. A. Adlard, D. I. Finkelstein and P. A. Doble, *Anal. Chem.*, **2012**, 84, 6707–6714.
5. D. Clases *et al.*, *J. Trace Elem. Med. Biol.* **2019**, 51, 212-218

연구 용도로만 사용하십시오. 진단 용도로는 사용하지 않습니다.

분석법 설정. Hf 분석에 일반적으로 선호되는 동위원소는 ^{178}Hf 이지만 Hf 동위원소 지질연대학과 같은 일부 응용 분야에는 ^{176}Hf 가 사용됩니다. ^{176}Hf 동위원소는 희토류 원소(REE)인 ^{176}Lu 및 ^{176}Yb , 그리고 ^{160}Gd 및 ^{160}Dy 의 산화물 이온과의 동중원소 중첩으로 인해 지질 재료에서 측정하기 어려울 수 있습니다.

그림 2와 3의 원소 분류는 Hf(유형 2b)가 NH_3 와 반응하고 반응하지 않는 Yb(유형 1)와 쉽게 분리된다는 사실을 보여줍니다.

	Rb	Sr	Y	Zr
Er	Tm	Yb	Lu	Hf
Fm	Md	No	Lr	Rf

그림 3. Hf의 분석법 설정을 안내하기 위한 NH_3 와의 원소 반응성

그러나 Lu(유형 2a)는 NH_3 와 반응하므로 ^{176}Lu 와 ^{176}Hf 를 분리하려면 NH_3 셀 가스와 다르게 반응하는 두 분석물질이 필요합니다. ICP-MS/MS를 이용한 생성 이온 스캔으로 이를 조사하고 확인할 수 있습니다.

생성 이온 스캔

생성 이온 스캔은 Q1을 사용하여 표적 분석물질 이온의 질량을 선택하는데, ^{176}Hf 의 경우 질량 m/z 176을 선택합니다. 그런 다음 유용한 생성 이온이 나타날 수 있는 질량 범위에서 Q2를 스캔합니다(m/z 175 ~ 265). 단일 원소 Hf 표준물질 및 대표 시료 또는 합성 매트릭스의 스캔 결과를 수집합니다. 두 회의 스캔은 다음으로 형성되는 생성 이온을 나타냅니다.

- a. 개별 표적 분석물질 동위원소(^{176}Hf),
- b. 시료 매트릭스 원소, 간섭물질 또는 기타 분석물질로부터 유래한 m/z 176에 존재하는 모든 기타 이온

두 스캔을 비교하면 시료의 다른 성분의 생성 이온과 중첩되지 않는 ^{176}Hf 생성 이온이 보여줍니다. 10ppb Hf 표준물질(회색)과 1ppm REE 혼합물(분홍색)에 대한 m/z 176으로부터 나온 NH_3 생성 이온을 보여주는 그림 4의 오버레이 스펙트럼에 이 비교 내용이 설명되어 있습니다. 회색(Hf) 용액에만 나타나는 생성 이온을 명확하게 식별할 수 있습니다.

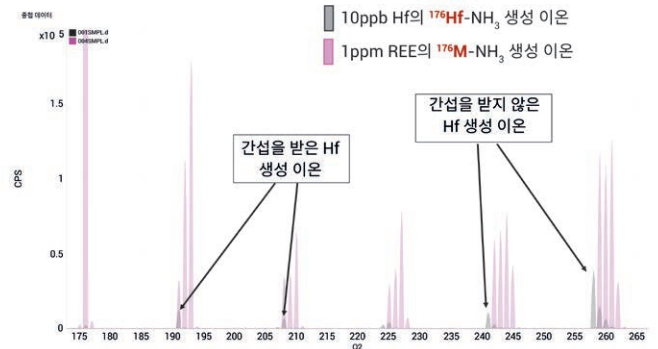


그림 4. Hf 표준물질 및 REE 혼합물에서 m/z 176에 대한 생성 이온 스캔 결과. 선호되고 간섭이 없는 생성 이온은 m/z 258에서의 $\text{HfN}(\text{NH}_3)_4^+$ 입니다.

MS/MS는 표적 질량의 이온만 셀에 들어가 반응할 수 있도록 확보하기 때문에 생성 이온 스캔에 필수적입니다. MS/MS가 없으면 그림 5와 같이 다른 생성 이온이 형성되어 표적 분석물질의 생성 이온과 겹칠 수 있습니다. 왼쪽 스펙트럼은 그림 4(MS/MS 모드)의 세부 사항을 보여주며 오른쪽 스펙트럼은 Q1 분해능이 3u(밴드패스 작동)인 동일한 생성 이온 스캔을 보여줍니다. ^{175}Lu 가 셀로부터 배제될 수 없기 때문에 표적 생성 이온 $^{176}\text{HfN}(\text{NH}_3)_4^+$ 는 밴드패스 모드에서 $^{175}\text{LuNH}(\text{NH}_3)_4^+$ 와 중첩됩니다.

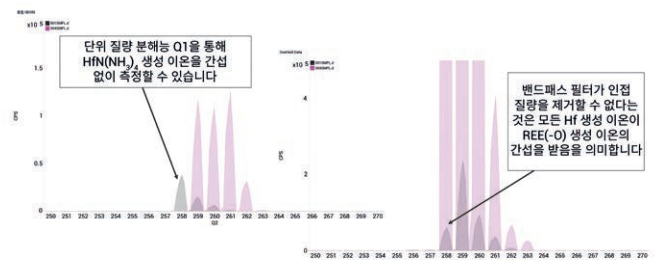


그림 5. MS/MS(왼쪽) 및 밴드패스(오른쪽)를 이용한 생성 이온 스캔. $^{176}\text{HfN}(\text{NH}_3)_4^+$ 는 밴드패스에서 $^{175}\text{LuNH}(\text{NH}_3)_4^+$ 와 중첩됩니다.

결론

ICP-MS/MS의 Q1 질량 필터는 제어 가능하고 일관된 반응 과정을 보증해줍니다. 따라서 SQ 또는 밴드패스 MS보다 ICP-MS/MS를 사용했을 때 반응 모드 분석법 설정이 더 간단합니다.

참고문헌

1. Lavrov et al. *J. Phys. Chem. A*, **2004**, 108, 26, 5610-5624
2. Agilent technical note, 2014, [5991-4585EN](#)

애질런트가 무기 화학 표준물질 포트폴리오 확장

Fred Chan, Mitesh Patel, Agilent Technologies Inc.

확장된 ICP-MS 표준물질 범위

애질런트는 최근에 화학 표준물질 및 인증 표준물질(CRM) 공급 업체인 ULTRA Scientific Inc.를 인수하면서 ICP-MS 화학 제품의 범위를 1,000종 이상으로 확대했습니다.

새로운 ULTRA 제품은 애질런트의 기존 개별 무기 표준물질과 ICP-MS 튜닝, 검량 및 내부 표준 혼합물을 확장하였습니다. 확장된 범위에는 워크플로별 표준물질, CRM, 품질 관리(QC) 및 검량 표준물질, 그리고 스파이킹 용액, 간섭 표준물질, 혼합물 및 키트가 포함됩니다. 또한 US EPA 200.8 또는 CLP 및 USP<232>/ICH Q3D와 같은 많은 규제 분석법을 위한 다양한 표준물질과 키트도 제공합니다.

모든 애질런트 CRM은 NIST SRM으로 추적할 수 있는 고순도 원료를 사용하여 최고의 표준에 따라 만들어지며 그 농도는 독립적인 second-source 표준물질을 거쳐 확인되었습니다. 최종 제품은 최고의 순도를 보장하기 위해 ISO 7급 청정실에서 포장됩니다.

귀하는 또한 온라인으로 맞춤형 ICP-MS 표준물질을 주문할 수 있습니다. 전용 맞춤형 주문 포털은 가격 경쟁력이 있는 견적을 신속하게 생성하고 빠른 배송을 보장합니다. 맞춤형 제품은 각 고객의 특정 품질 요구에 맞게 제조됩니다. 그런 다음 미국 로드 아일랜드에 있는 애질런트의 ISO 9001, 17025 및 17034 인증 시설에서 전문 화학자 팀의 인증을 거칩니다. 견적을 요청하시려면 www.agilent.com/chem/standards를 방문하십시오.

Agilent ICP-MS 표준물질에 대한 팁 및 요령

- USP 35(10.30.60)에 따라 제어된 실온에서 CRM을 보관하십시오. 용액을 냉동, 가열 및 태양광 직사광선에 노출시키지 마십시오. 수분 또는 높은 습기 환경에서의 노출을 최소화하십시오.

- 표준물질을 제조할 때 충분한 혼합의 중요성을 과소평가하지 마십시오. 단순히 흔들리는 것으로는 충분하지 않습니다. 습관적으로 용기를 뒤집어 여러 번 진탕하십시오.
- 표준 용기로부터 직접 피펫 작업을 수행하지 마십시오. 깨끗한 무금속 용기에 소량 시료를 옮기고 이 용기로부터 피펫 작업을 수행하십시오. 남은 표준물질을 원래의 용기로부터 다시 넣지 마십시오.
- 만료일 전에 표준물질을 교체해야 합니다. 이는 증발 손실(수분 손실) 및 오염 위험을 최소화하여 정확성을 보장할 수 있습니다. 보관 기간은 화학적 안정성과 증발 손실에 따라 결정됩니다.

자세한 정보 및 주문 방법



복잡한 세상을 위한
분석 표준물질

애질런트의 새 식구가 된
ULTRA Scientific

카탈로그: Inorganic Standards: Your essential resource for Agilent ULTRA chemical standards, [5994-0615EN](https://www.agilent.com/chem/standards)

비디오: Agilent ULTRA 화학 표준물질을 이용하여 신뢰성 있는 결과를 성취하십시오 www.agilent.com/en/video/agilent-ultra-chemical-standards-video

무기 화학 표준물질 검색 및 구입:

www.agilent.com/en/product/chemical-standards

애질런트는 콘 비교 연구를 위해 ICP-MS 인터페이스 콘 테스트 수행

Gareth Pearson, ICP-MS 소모품 제품 매니저, Agilent Technologies Inc.

서론

Agilent ICP-MS 인터페이스 콘은 엄격한 사양에 따라 제조되어 당사의 100% 품질 검사로 확인되었으며 당사의 맞춤 포장으로 보호됩니다. 때문에 SQ 및 QQQ ICP-MS 시스템에서 고객이 기대하는 감도와 안정성을 보장할 수 있습니다. 본 연구에서 당사는 애질런트 인터페이스 콘과 타 공급업체의 콘을 비교하였고, 주로 ICP-MS 성능에 주요한 영향을 미치는 속성에 중점을 두었습니다. 우리는 다음과 같은 결론을 얻었습니다.

모든 콘이 동일한 것은 아닙니다

우리는 그림 1과 같이 애질런트 콘과 타사가 제조한 콘 간의 무게 차이를 밝혀냈습니다. 이것은 타사 콘이 애질런트 설계와 다르며 이로 인해 성능에 악영향을 미칠 수 있음을 의미합니다.

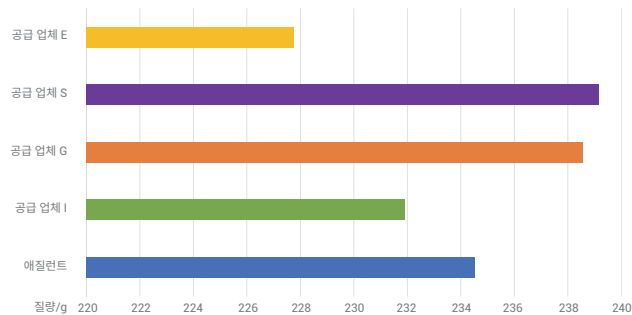


그림 1. 인수한 샘플링 콘의 평균 무게

애질런트 콘은 탁월한 감도 제공

정품 애질런트 콘은 그림 2와 같이 인수 받았을 때와 컨디셔닝 지침을 따른 후에 보다 높은 감도를 제공했습니다. 또한 애질런트 콘은 백그라운드가 가장 낮으므로 최상의 검출 한계와 BEC를 제공할 수 있습니다.

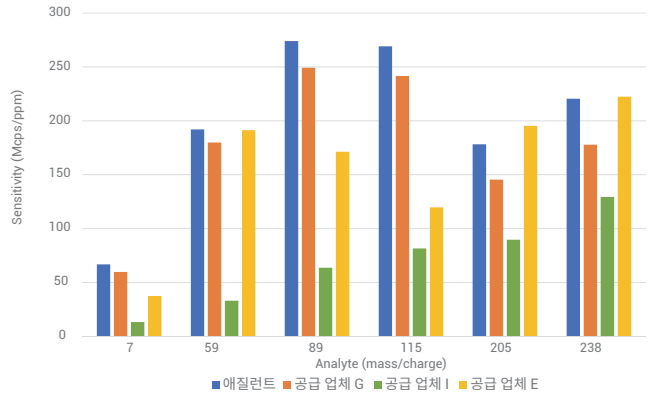


그림 2. 상용품 상태 그대로의 새로운 콘 쌍이 나타내는 감도

애질런트 콘은 뛰어난 안정성을 제공합니다

애질런트 ICP-MS 콘은 매트릭스 내성을 제공하도록 설계되어 신호 안정성이 우수하고 유지보수 비용이 적습니다. 타사 콘은 단기 및 장기 안정성이 낮아 시료 재분석과 생산성 손실을 초래할 수 있습니다.

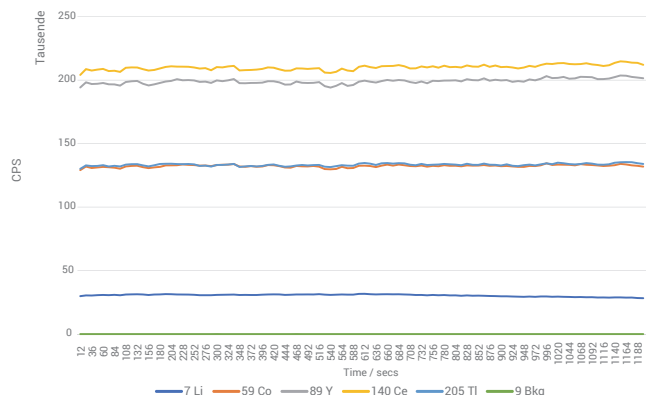


그림 3. 애질런트 정품 콘의 장기 안정성

더 자세한 정보

www.agilent.com/ko-kr/promotions/cone-comparison 에서 전체 기술 개요를 다운로드하고 발행물 5994-0798KO를 살펴보세요

이 주문형 웨비나를 통해 ICP-QQQ에 대해 자세히 알아보십시오

제목: ICP-MS/MS로 일상적인 분석 과제와 신종 오염물질에 대한 데이터 품질을 개선하는 방법
개요: ICP-MS/MS로 현재의 분석 정확도와 신뢰도를 어떻게 향상시킬 수 있는지에 대해 알아보십시오.
발표자: Ed McCurdy, ICP-MS 제품 마케팅, Agilent Technologies Inc.
주최: 분광학 부문

[등록하기](#)

Agilent ICP-QQQ가 흥미롭고 새로운 가능성을 열어 주는 방법에 대한 분석가들의 설명을 들어보십시오



2018년 9월, 독일에서 열린 제2회 ICP-QQQ 사용자 그룹 회의의 주요 사항을 시청하십시오.

[동영상](#)

기사 및 발행물

제목: 단일 입자 ICP-MS/MS를 이용한 빠른 다원소 나노입자 분석. 저자: Craig Jones, Emmett Soffey, Mark Kelinske, Agilent Technologies Inc.
발행: 분광학 부문

[다운로드](#)

제목: 특산 차의 진위 판별: 중국 차 시료의 진위판별을 위한 ICP-MS와 원소 핑거프린팅의 결합 저자: Jenny Nelson, Helene Hopfer
발행: Food Quality and Safety Magazine

[다운로드](#)

Agilent ICP-MS 발행물

- **응용 자료:** Multiple Element Nanoparticle Analysis of Semiconductor Grade Chemical Reagents using spICP-MS with MS/MS(MS/MS와 spICP-MS를 사용하여 반도체 등급 화학 시약의 다원소 나노 입자 분석), [5994-0987EN](#)
- **응용 자료:** Determination of Chloride in Crude Oils using an Agilent 8900 ICP-QQQ: Fast, accurate analysis of crude oils following direct dilution in an o-xylene-based diluent(애질런트 8900 ICP-QQQ를 사용한 원유의 염화물 측정: o-xylene 성분 희석제에 직접 희석시킨 후 원유의 신속하고 정확한 분석), [5994-1094EN](#)
- **응용 자료:** High Throughput Analysis of Animal Feed using the Agilent 7800 ICP-MS with HMI and ISIS 3(HMI 및 ISIS 3과 함께 애질런트 7800 ICP-MS를 사용한 동물 사료의 고속 분석), [5994-0846EN](#)
- **응용 자료:** Routine Elemental Analysis of Dietary Supplements using an Agilent 8900 ICP-QQQ: Effective removal of doubly charged and oxide ion interferences ensures accurate measurement of As and Cd(애질런트 8900 ICP-QQQ를 사용한 식이 보조제의 일상적 원소 분석: 이중 하전 및 산화물 이온 간섭의 효과적인 제거로 As 및 Cd의 정확한 측정 보장), [5994-1156EN](#)
- **브로셔(업데이트됨):** 순도 측정. 수질 분석 응용, [5991-0350KO](#)

연구 용도로만 사용하십시오. 진단 용도로는 사용하지 않습니다.

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 8월 27일, 한국에서 인쇄
5994-1050KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr



Trusted Answers