

# ICP-OES 시료를 두 번 이상 측정하고 있습니까?

시간 소모적인 재측정을 해소하는 방법



# Luke의 사례

Luke(가명)는 Always Right Labs에 근무하는 분석가였습니다. 그는 ICP-OES에서 시료를 분석하고 GC를 실행하는 외에도 실험실의 기타 작업도 수행해 왔습니다. Luke는 다년간의 경험을 가지고 있었지만 자신을 어떤 기술에 대해서도 전문가라고 생각하지 않았습니다. 기기에 문제가 발생하면 숙련된 분석가에게 도움을 요청하고는 했습니다.

이 실험실에서는 해당 제품에 대한 QC가 필요한 식품 회사부터 지방 정부 기관의 물 시료에 이르기까지 다양한 고객의 시료를 분석했습니다. 이 회사는 고객에게 정확하고 시기 적절한 결과를 제공하는 데 자부심을 가지고 있었습니다. 고객은 이러한 결과를 이용해 해당 제품이 사양을 충족하는지 확인하고 일반 제품으로 출시할지 여부를 결정했습니다. 잘못된 결과가 보고된다면 항상 정확했던 실험실의 명성에 큰 오점을 남길 수 있기 때문에

Luke는 모든 표준 품질 관리 방식을 준수했습니다. 그는 오염과 오류 발생을 피하기 위해 시료와 표준물질을 신중하게 준비했습니다. 하지만 이러한 노력에도 불구하고 시료를 다시 측정해야 하는 상황이 종종 발생했습니다. QC 검사 실패, 분석 중 발생한 문제 또는 잘못된 시료로 인한 결과가 이러한 문제의 원인으로 지목되었습니다. 결국 Luke는 시료의 20%를 다시 측정해야 했습니다. 때로 그는 ICP-MS와 같은 다른 기술로 시료를 분석하여 결과를 교차 점검하기도 했습니다. 이는 스트레스를 주고 시간 소모적인 작업이기 때문에 야근을 해야 하는 경우가 많았습니다. 또한 고객에게 결과를 제공하는 시간도 늦어져 불만을 듣기도 했습니다.

Luke는 시료를 다시 측정해야 하는 횟수를 줄이고 싶어합니다. 그렇게 되면 그에게 더 가치가 있는 다른 업무에 매진할 수도 있을 것입니다.

다행스럽게도 Luke가 분석 프로세스의 신뢰성을 개선할 수 있는 방법들이 있습니다. 이 e-book에는 시료를 다시 측정해야 하는 가장 일반적인 원인과 이를 피하는 방법이 수록되어 있습니다.

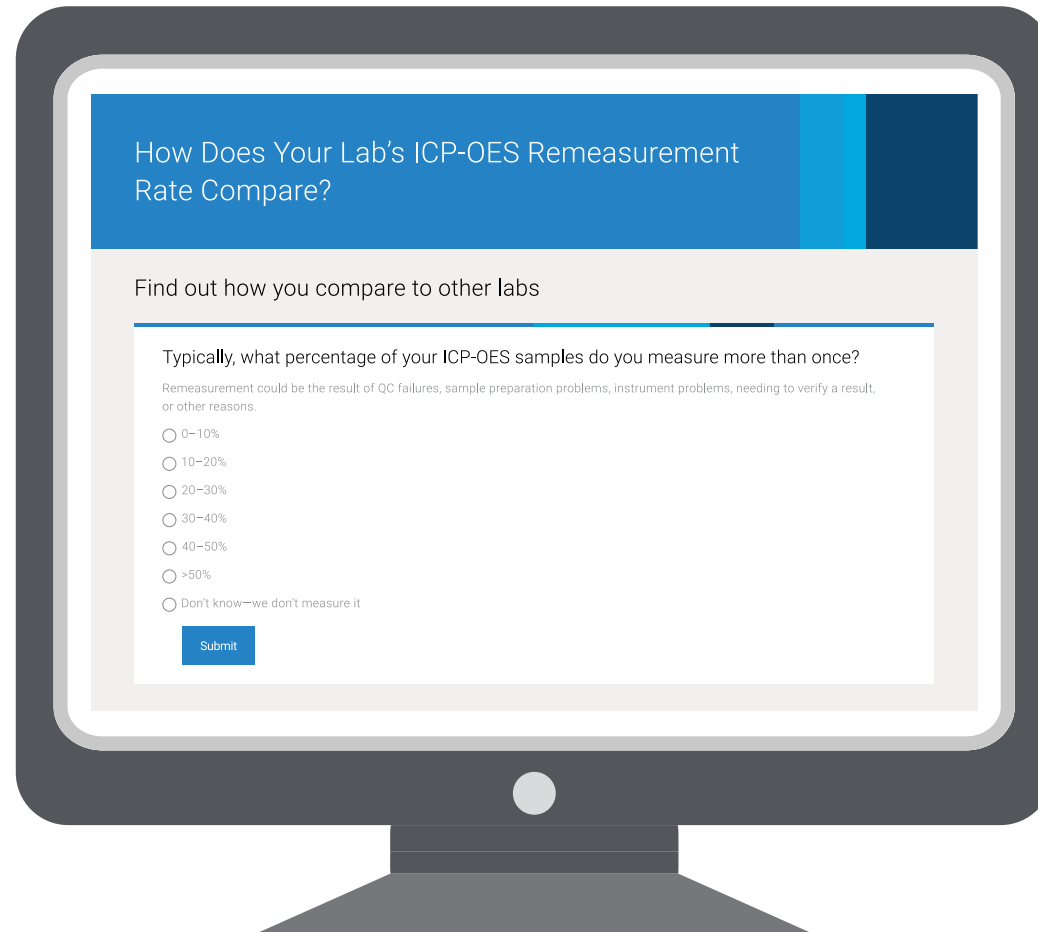
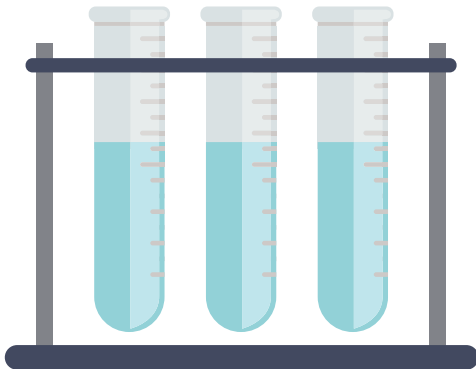


**Luke는 QC 검사 실패 또는 다른 문제로 인해 시료를 다시 측정하면서 시간을 소비해야 하는 상황에 놓여 있습니다.**

# 실험실에서 다시 측정해야 하는 시료 수는 얼마나 됩니까?

2019년에 실시한 온라인  
설문조사에서 200명 이상의  
응답자가 ICP-OES 시료를 두 번  
이상 측정해야 하는 비율에 대해  
답하였습니다.

응답자들은 평균적으로  
시료의 15%를 재측정한다고  
나타내었습니다. 흥미로운 것은,  
15% 이상은 시료 재측정이 어느  
정도인지 알지 못해 시간이 얼마나  
낭비되는지, 또는 얼마나 많은  
비용이 낭비되는지 모르고 있다는  
것입니다.



# ICP-OES 시료 재측정으로 얼마나 많은 비용이 낭비되고 있습니까?

대부분의 실험실은 고장 또는 예정된 유지보수 기간 중 시료를 측정할 수 없다는 것을 알고 있으므로 이러한 기기 중단 중에 소요되는 비용은 알고 있습니다. 그러나 시료를 두 번 이상 측정해야 하는 비용은 어떻습니까?

규정되거나 실험실에서 마련한 분석법을 이용하는 동안 QC가 실패하면 검량, 기기 성능 검사(IPC), 블랭크를 다시 실행한 다음 마지막 10개 이상의 시료를 반복해야 할 수 있습니다. 더 난해한 시료의 경우 시료의 재측정을 위해 시료를 다시 분해하는 과정을 거쳐야 할 수 있습니다.

**“대부분의 실험실은 운영 중단으로 소요되는 비용은 감수합니다. 하지만 시료를 다시 측정해야 한다면 어떨까요?”**

**이 재작업은 여러 측면에서 비용을 발생시킵니다**

**명확한 비용:**

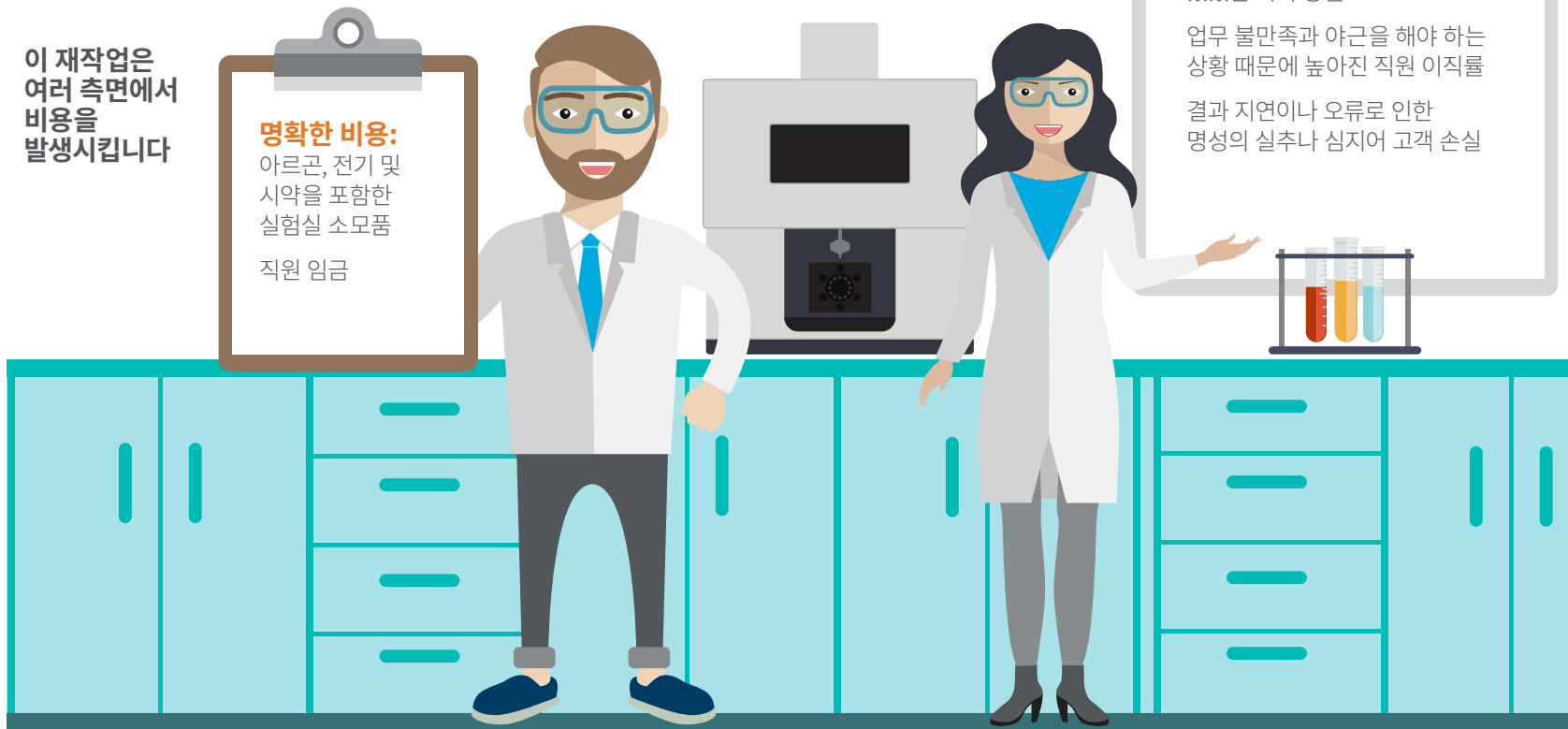
아르곤, 전기 및 시약을 포함한 실험실 소모품  
직원 임금

**명확하지 않은 비용:**

다른 수익 창출 시료를 실행할 수 있었던 기회 상실

업무 불만족과 야근을 해야 하는 상황 때문에 높아진 직원 이직률

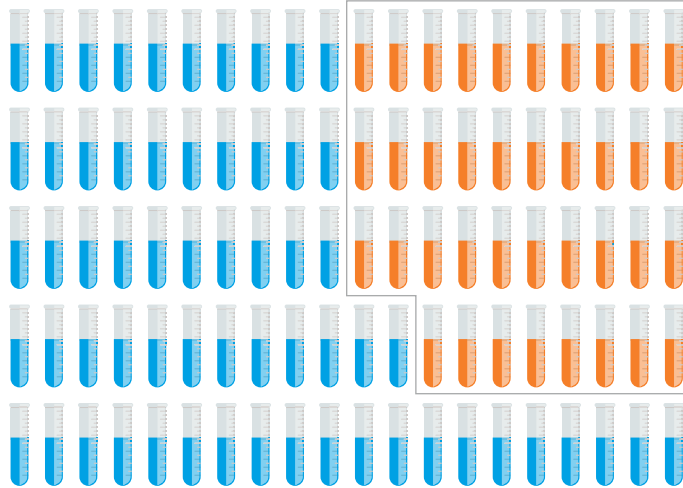
결과 지연이나 오류로 인한 명성의 실추나 심지어 고객 손실



# 시료 재측정으로 인한 영향 계산

# 250

주간 분석되는 시료 수



# 15%

여러 가지 이유로 시료를 다시 측정해야 하고, 그 수는 매주 38개입니다.



2.5 분

빠른 기기를 사용할 때는 ICP-OES로 시료를 측정하는 것이 상당히 일반적입니다.

38개 시료 x 2.5분:



95 분



1년이면 최대 82시간 또는 2주의 근무 시간으로 불어납니다!

예제에서 볼 수 있듯이 시료 재측정에 따른 비용은 실제로 불어날 수 있습니다.

# 시료를 다시 측정해야 하는 일반적인 원인과 이를 방지하는 방법

시료를 다시 측정해야 하는 데는 여러 가지 이유가 있습니다. 시료가 섞이거나 측정 중에 문제가 발생할 수 있습니다. QC 솔루션 문제가 생기거나 결과를 검토하고 잘못된 점을 감지했을 때만 문제가 있음을 알 수 있습니다. 이유가 무엇이든, 시료 재측정에는 많은 시간이 걸리고 스트레스와 비용이 수반됩니다.

시료를 다시 측정해야 하는 원인을 크게 분류해 보면 다음과 같습니다. **기기 관련 문제** 및 **시료 관련 문제**. 시료 관련 문제에는 시료 분해와 준비부터 시료 매트릭스 문제와 혼합까지 다양한 것들이 포함됩니다.

여기서는 시료를 다시 측정해야 하는 가장 일반적인 원인을 방지하고 낭비되는 시간을 절약하는 방법을 소개합니다.

## QC 솔루션

QC 솔루션에 익숙하지 않습니까? 기기 성능 검사 솔루션의 내부 표준물질을 모르십니까? 이러한 용어들의 정의는 US EPA 분석법 200.7의 5페이지([여기](#)에서 내용 확인)와 US EPA 분석법 6010c([여기](#)에서 내용 확인)에서 찾을 수 있습니다.



# 기기 관련 문제

## 1. Nebulizer 막힘

### 문제 및 원인

미립자는 수용액에서 보이지 않을 수 있지만 nebulizer를 막히게 할 수 있습니다. Nebulizer 끝에 염 입자가 침착되면서 막힘이 발생할 수도 있습니다. 어느 소스에서 유입되었던 glass concentric nebulizer 끝에서 캐필러리를 부분적으로 또는 완전히 막히게 할 수 있습니다. 이러한 막힘은 필연적으로 시료 재측정으로 연결되는 많은 성능 문제를 야기합니다.

부분적 nebulizer 막힘의 일반적인 증상으로 지속적인 검량 검증(CCV) 솔루션에 편차가 발생하게 됩니다. CCV 솔루션은 일반적으로 분석 전체 기간 동안 주기적으로 모니터링됩니다.

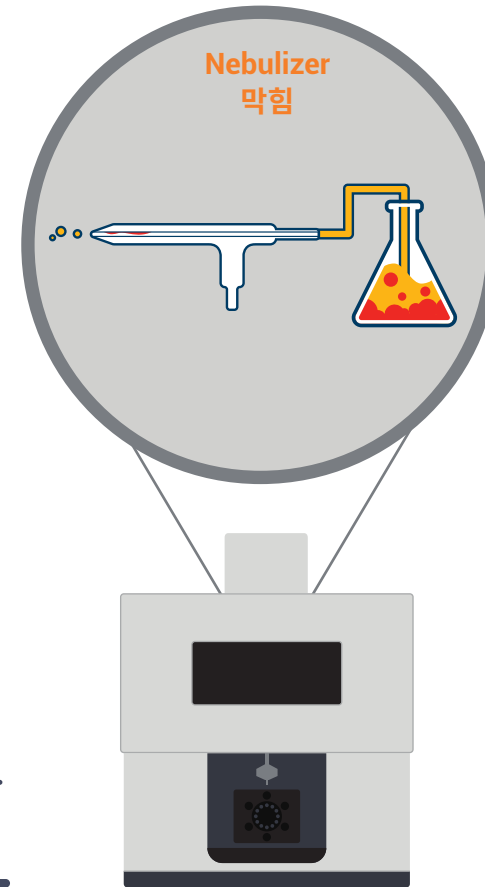
Nebulizer가 완전히 막히면 신호가 전혀 발생하지 않으므로 결과가 생성되지 않는 것으로 이 상황을 쉽게 진단할 수 있습니다.

분석 실행 과정에서 CCV 결과와 시료 결과를 관찰함으로써 nebulizer 막힘으로 인한 시료 재측정을 피할 수 있습니다.

### 무엇을 해야 하나요?

Nebulizer 막힘이 자주 발생하는 경우 다음 조치를 고려하는 것이 좋습니다.

- 시료 여과 또는 원심 분리
- 자동 시료 주입기 프로브 깊이를 용액안으로 조금만 들어 가도록 설정합니다. 그러면 테스트 튜브 하단의 입자가 프로브에 흡입될 가능성이 최소화됩니다.
- 사용 중인 nebulizer 유형을 시료 라인에서 더 큰 내부 직경을 가진 nebulizer로 변경합니다.
- 아르곤 가습기를 사용하여 nebulizer 끝을 촉촉하게 유지합니다. 팁이 촉촉하면 nebulizer 끝에 고형물이 쌓이지 않습니다. TDS(총 용존 고형물)가 높은 용액의 막힘이 줄어듭니다.



## 2. 토치 문제

### 문제 및 원인

기기의 토치를 제대로 관리하지 못해 발생하는 문제로 인해 시료를 다시 측정해야 할 수 있습니다. 100g/L 용액과 같은 강한 매트릭스 시료를 흡입하면 토치 인젝터에 결정질이 증착될 수 있습니다. 이러한 증착으로 인해 토치 인젝터가 부분적으로 막히고 신호가 감소할 수 있습니다. 다양한 QC 솔루션을 모니터링할 때 신호에서 하향 편향이 발생하면 토치 막힘을 의심해볼 수 있습니다.

여러 QC에서 이러한 편향 신호를 다음과 같이 포착할 수 있습니다.

- 실험실 컨트롤 시료 QC 솔루션에 포함된 인증 표준물질(CRM)을 수시로 모니터링하면 회수율의 감소가 드러납니다. 신호 편향은 내부 표준물질 비율의 감소로도 관찰될 수 있습니다.

- 지속적인 검량 검증 용액(CCV)과 같은 품질 관리 검사 용액의 회수율이 불량해지는 (낮아지는) 것으로도 신호 편향을 알 수 있습니다.

### 무엇을 해야 할까요?

기기가 더 이상 검량 용액에 대해 동일한 판독값을 생성하지 못하고 편향이 발생하면 막힘의 가능성이 높습니다. 최고 주파수에서 수평 토치에 이 문제가 발생합니다. 수직 토치의 경우에는 이러한 문제가 적게 발생합니다. 인젝터의 직경이 더 큰 토치를 사용하면 막힘을 방지할 수 있습니다.

제조업체가 설정한 값을 기준으로 합격 또는 불합격을 나타내는 자동화된 기기 성능 테스트를 매일 일과의 시작으로 실행하면 감도 문제가 쉽게 드러납니다. 올바른 용액을 사용한 감도 테스트에 통과하면 토치에 아무 문제가 없으며 올바르게 조립 및 설치되었음을 나타냅니다.

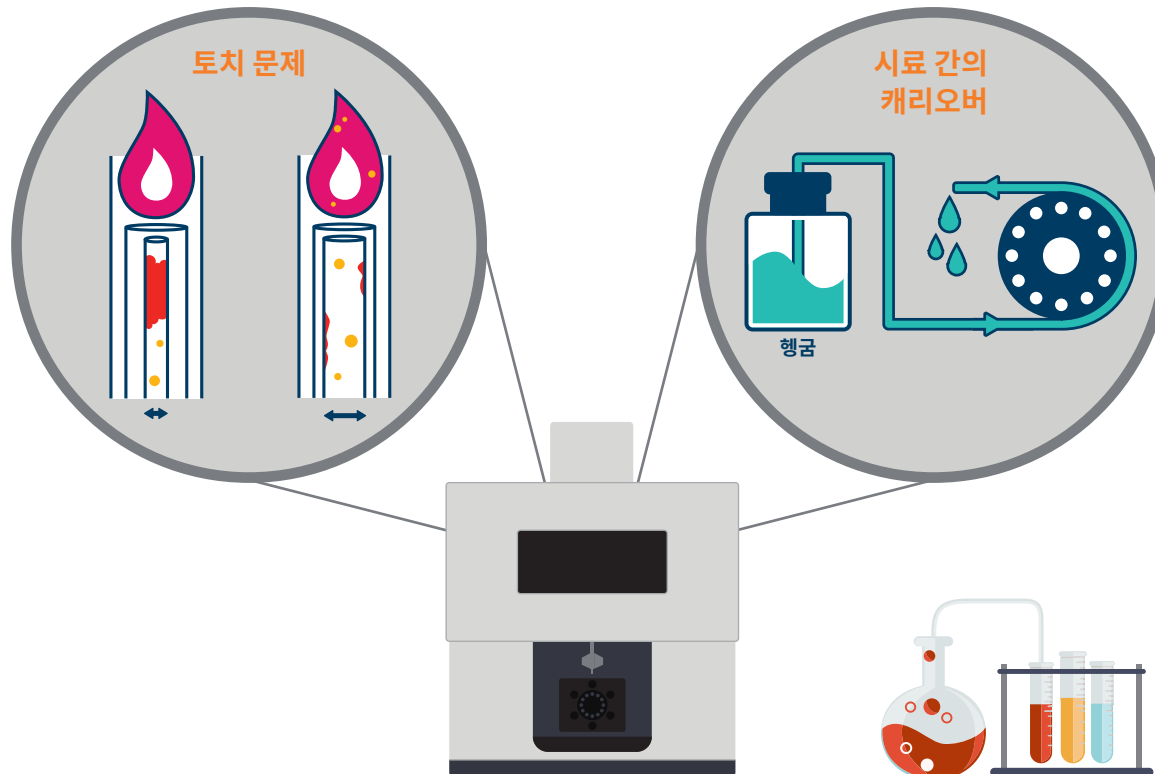
## 3. 시료 사이의 캐리오버

### 문제 및 원인

시료 배치에서 예상치 못하게 매트릭스 시료량이 많으면 흡수성이 높거나 "끈적거리는" 성분이 다음 시료로 유입되어 오염을 초래할 수 있습니다. B, Mo, W를 예로 들 수 있습니다. 이러한 오염으로 결과 수치가 비정상적으로 높게 나타날 수 있습니다.

### 무엇을 해야 할까요?

분석하는 전 과정에서 지속적인 검량 블랭크(CCB)를 정기적으로 모니터링하면 예상치 못한 캐리오버 오염을 쉽게 확인할 수 있습니다. 그러나 이러한 방법은 작업 과정에서 높은 빈도로 실시하지 않는 한 캐리오버 문제를 찾아낼 확률이 높지 않습니다. 자동 감지식 행균 단계를 이용하면 모든 시료에 대해 시료 간 캐리오버를 방지할 수 있습니다.



#### 4. 기기의 사양 이탈

##### 문제 및 원인

기기 또는 유틸리티(예: 아르곤 또는 냉각수) 오작동이 발생한 경우, 분석 성능이 저하됩니다. 이러한 상황은 결과 감도, 정밀도, 선형 측정 범위(dynamic range)뿐만 아니라 기타 성능 측면에 영향을 미칠 수 있습니다.

이러한 문제는 해결하기 어려울 수 있습니다. 문제의 원인을 밝혀내기 전에 많은 시료를 다시 측정해야 할 수 있습니다.

##### 무엇을 해야 할까요?

기기 문제로 인해 시료를 다시 측정하지 않으려면 매일 분석을 시작하기 전에 항상 자동화된 기기 성능 테스트를 수행하십시오.

#### 5. 잘못된 분석법 설정

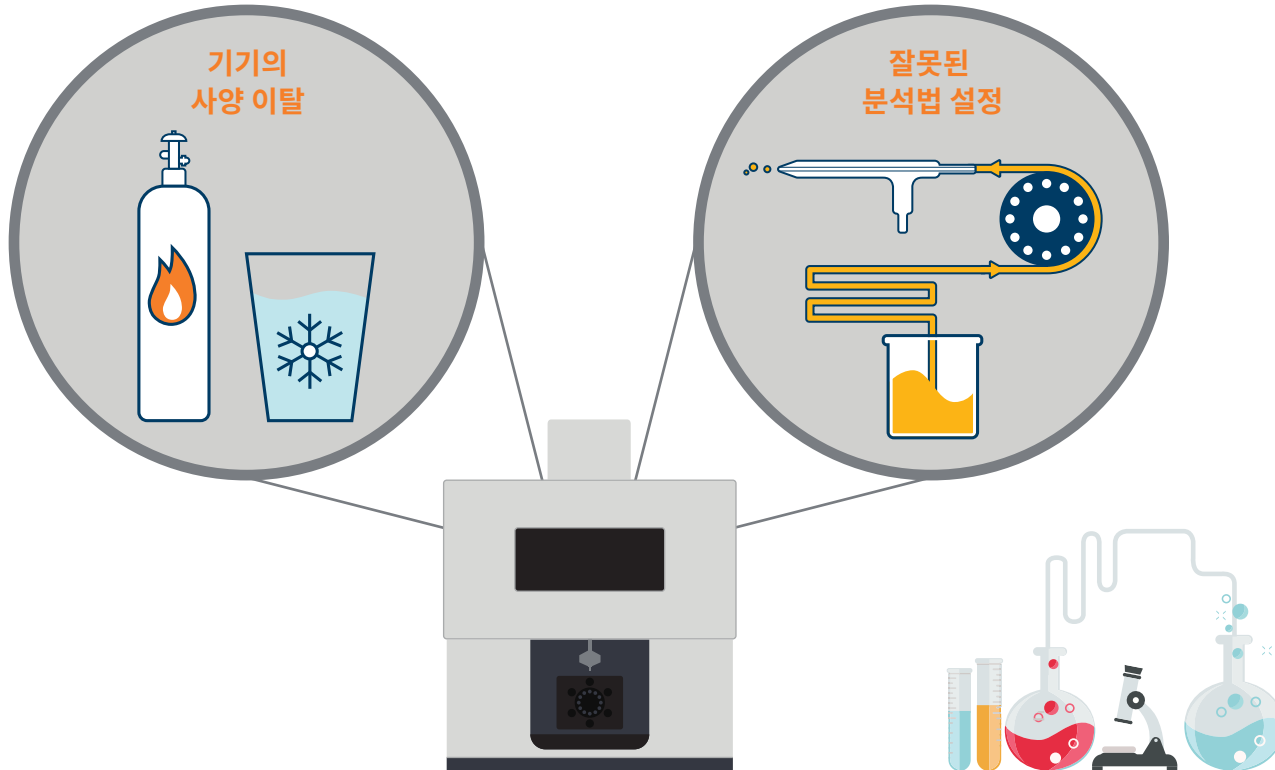
##### 문제 및 원인

가스 유량, RF 전력, 펌프 속도, 지연 시간과 같은 기기 분석법 설정이 결과에 큰 영향을 미칠 수 있습니다. 예를 들어, RF 전력이 부적절하거나 아르곤 가스가 플라즈마로 유입되면 플라즈마 온도가 적정 수준을 벗어나게 됩니다. 시료의 일부 원자와 이온이 여기되지 않아 결과적으로 방출이 감소하고 감도가 줄어듭니다. 이는 극미량 수준에서 분석물의 정밀도에 영향을 미칩니다. 때로 정밀도가 실험실 한계값을 벗어날 때가 있고 이 경우 시료를 다시 측정해야 하기 때문에 시간이 낭비됩니다.

##### 무엇을 해야 할까요?

이러한 상황을 방지하려면 Laboratory Control Sample(LCS)로 작업에 도입된 인증 표준물질(CRM)을 분석하십시오. 항상 분석법 개발 프로세스의 일부로 시료와 유사한 매트릭스를 가진 CRM을 포함시켜야 합니다. CRM을 측정할 때 극미량 수준에서 양호한 회수율을 얻는 데 목표를 두어야 합니다(극미량 수준이 제조업체에서 기기에 대해 규정한 사양 내에 있다고 가정). 극미량 수준에서 양호한 회수율을 얻을 수 없는 경우 분석법을 추가적으로 최적화해야 합니다.

분석법의 시료 펌프 속도 또는 지연 시간 설정은 QC 솔루션의 정밀도를 모니터링하여 평가할 수 있습니다. 분석을 시작하기 전에 이러한 설정을 모두 테스트하십시오. 펌프 속도와 흡입 지연 시간이 올바른지 테스트하려면 용액이 자동 시료 주입기 시험관에서 스프레이 챔버로 이동하는 데 걸리는 시간과 펌프 속도를 수동으로 측정하십시오. 측정된 시간이 흡수 지연 시간입니다. 높은 펌프 속도도 수동으로 분석법에 삽입해야 합니다.



## 6. 오염된 전치 광학 윈도우

### 문제 및 원인

전치 광학 윈도우는 토치 챔버와 기기의 광학 부품을 고정하는 챔버 사이에 있는 유리 윈도우입니다. 이 윈도우에 오염물이 쌓이면 광학 장치와 검출기로 전달되는 방출광의 양이 줄어듭니다. 전치 광학 윈도우가 오염되면 감도가 떨어집니다.

감도가 떨어지면 정밀도도 감소되기 때문에 시료, 특히 극미량 수준의 분석물이 들어 있는 시료를 다시 측정해야 할 수 있습니다. QC 시료 결과의 정밀도를 모니터링하면 이 문제가 확인됩니다. 그러나 결과의 정밀도가 떨어지는 원인에는 많은 분석 성능 문제가 존재합니다. 이 때문에 한 가지 원인을 찾아내기가 어렵습니다.

### 무엇을 해야 하나요?

기기의 정기 유지보수 일정에 전치 광학 윈도우의 세척을 포함시켜야 합니다. 매일 자동화된 기기 성능 테스트를 실행하는 것도 기기 감도의 저하를 발견하는 데 도움이 됩니다.

## 7. 시료 튜브 문제 - 연결부 누출, 기포 또는 잘못된 장력

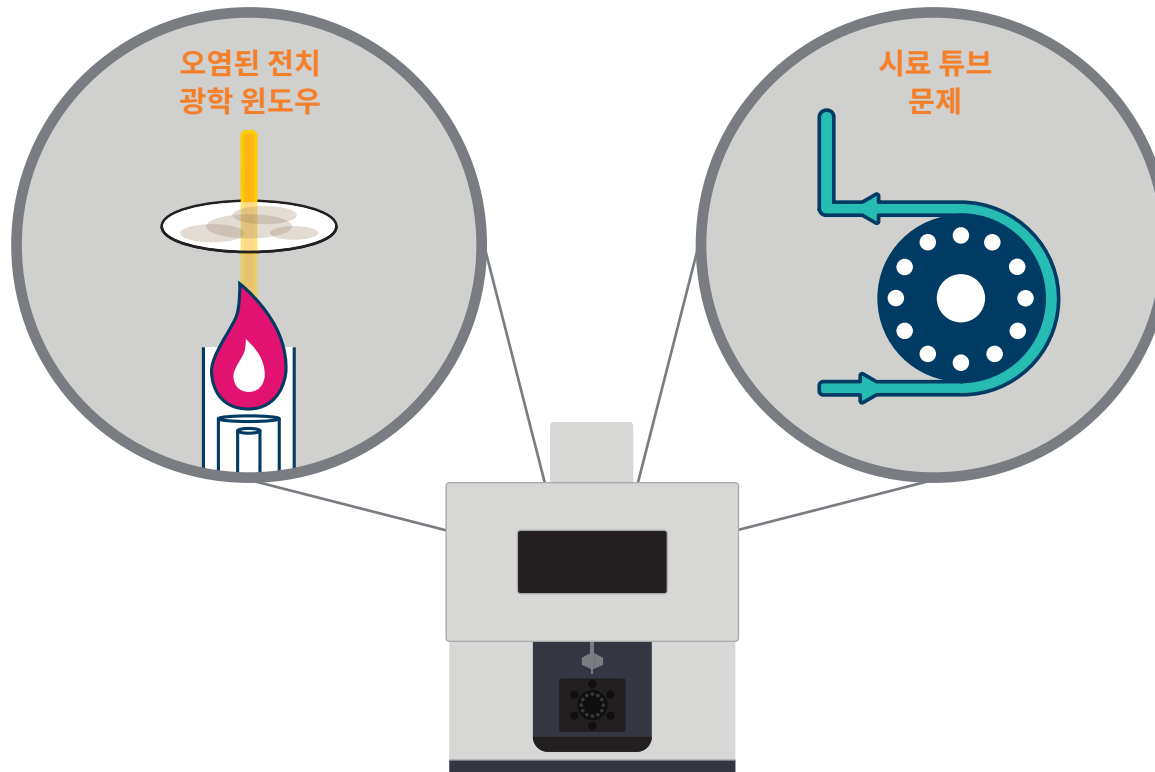
### 문제 및 원인

연동 펌프 튜브에 마모, 누출 또는 조정 오류가 발생하는 경우에 결과 정밀도가 떨어집니다. QC 솔루션을 통해 정밀도를 모니터링할 수 있지만 30-40분의 간격을 두는 경우가 많습니다. 30-40분 후에야 오류가 발견되므로 문제를 해결하기 위해 QC 솔루션이 실패할 때까지 기다리는 것은 시간 낭비입니다.

### 무엇을 해야 하나요?

정기적으로 유지보수를 수행하면 연동 펌프의 튜브 문제가 방지됩니다. 매일 일과를 시작할 때, 또는 표준 작업 절차에 규정된 경우에 튜브의 탄성, 진원도, 연결부 및 장력을 확인하는 것이 중요합니다. 매일 일과를 끝낼 때 연동 펌프 튜브를 잊지 않고 빼는 것도 수명 보존을 위해 필요합니다. 이러한 점검을 수행하면 펌프 튜브 문제로 인해 시료를 다시 측정해야 할 위험을 줄일 수 있습니다. 또한 새로운 펌프 튜브가 길들여질 때까지 기다리느라 시간을 낭비하지 않아도 됩니다.

앞서 언급한 바와 같이 매일 분석을 시작할 때 자동화된 기기 성능 테스트를 실행하면 결과의 정밀도가 제조업체 사양을 충족하는지 확인할 수 있습니다.



## 8. 더럽거나 오염된 스프레이 챔버

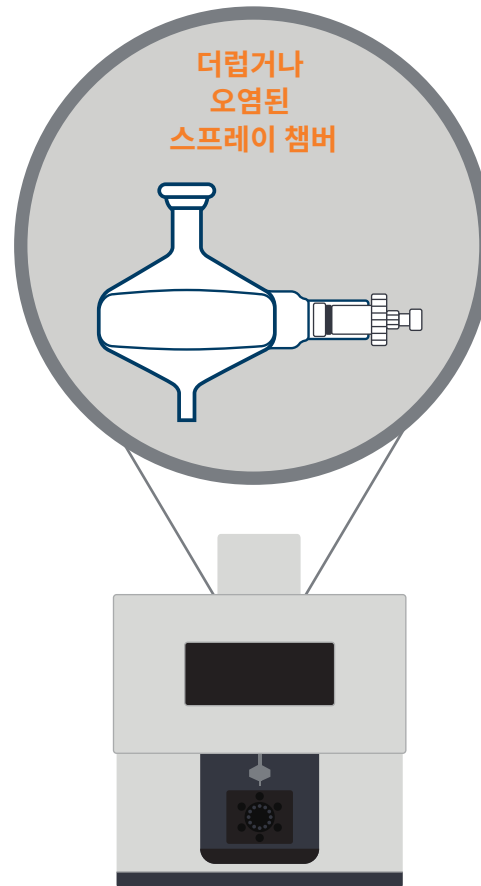
### 문제 및 원인

스프레이 챔버가 더럽거나 오염되면 배수가 불량해지고 플라즈마까지의 에어로졸 흡입이 일정하지 않게 됩니다. 이 문제를 해결하려면 스프레이 챔버 내부에서 용액이 어떻게 흘러가는지 확인하십시오. 액체가 균일한 막을 형성하면서 스프레이 챔버를 흘러가야 합니다. 막 대신 물방울이 형성되면 스프레이 챔버가 오염된 것입니다.

오염된 스프레이 챔버에서 배수가 잘 되지 않으면 정밀도가 떨어집니다. QC 솔루션 또는 내부 표준물질을 사용하여 정밀도를 모니터링할 수 있습니다. 하지만 문제는 QC 솔루션이 30분 간격으로 떨어져 있다는 것입니다. QC 솔루션을 통해 문제를 확인하지 못하면 30분의 시간이 낭비됩니다.

### 무엇을 해야 합니까?

일상적인 유지보수의 일환으로 스프레이 챔버 청소를 포함시키십시오. 매일 일과를 시작할 때 자동화된 기기 성능 테스트도 실행해야 합니다. 이렇게 하면 결과의 정밀도가 제조업체 사양을 충족하는지 확인됩니다.



### 스프레이 챔버를 청소하는 방법

이 동영상에서는 ICP-OES 스프레이 챔버를 선택하고 청소하기 위한 정보를 제공합니다.

[www.agilent.com/en/video/spraychamber](http://www.agilent.com/en/video/spraychamber)



# 시료 관련 문제

## 1. 스펙트럼 간섭

### 문제 및 원인

ICP-OES의 파장 범위에는 수만 개의 원소 원자와 이온 방출 라인이 존재합니다. 분석하고 있는 원소 이외 원소의 방출로 인해 때로 비정상적으로 높은 결과가 발생할 수 있습니다. 이러한 상황은 분석 중인 시료를 전혀 모르는 경우에 자주 발생합니다. 이러한 시료에는 측정 중인 원소의 방출 라인과 겹칠 수 있는 '숨겨진' 원소가 무엇이든 포함되어 있을 수 있습니다. 측정 중인 원소의 농도가 예상치 못하게 높아 간섭이 발생할 수 있습니다. 이러한 간섭은 결과에 영향을 미칩니다.

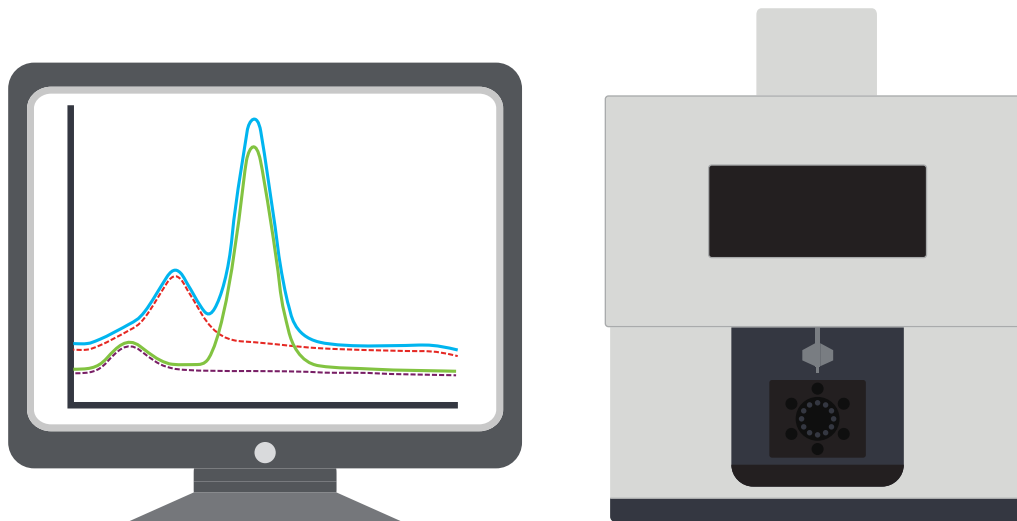
### 무엇을 해야 하나요?

다음과 같은 방법으로 결과에 문제를 일으키는 스펙트럼 간섭을 방지해 보십시오.

- 시료의 내용물을 모르는 경우, 측정하려는 각 원소에 대해 여러 방출 라인을 선택하십시오. 이러한 간단한 방법으로 간섭을 식별하고 피하기 위한 품질 관리를 훌륭하게 구축할 수 있습니다. 동일한 원소에 대해 여러 파장의 농도 결과가 얻어지는 경우, 원소의 각 방출 라인이 동일한 결과를 나타내는지 확인하십시오. 알 수 없는 스펙트럼 간섭으로 인해 비정상적으로 높은 결과가 발생할 수 있습니다. 사양 이탈 결과는 제거시켜야 합니다. 결과가 동일한 파장 중에서 분석 성능이 가장 우수한 파장의 값을

선택하십시오. 분석 성능은 정밀도(즉, 낮은 %RSD), 감도(즉, 최대 SRBR) 및 피크 솔더(즉, 부드러운 가우스 스펙트럼 피크 모양)를 야기하는 명백한 스펙트럼 간섭의 부재로 구현됩니다.

- 스펙트럼 간섭 문제가 의심되고 간섭을 유발하는 원소를 알고 있는 경우, 간섭이 보상되도록 솔루션을 준비하고 IEC(Inter Element Correction) 인자를 개발하십시오.
- IEC 인자를 개발하는 대신 간단히 스펙트럼 디콘볼루션 모델을 개발할 수도 있습니다. 이를 수행하는 방법에 대해서는 ICP-OES 소프트웨어의 온라인 도움말을 참조하십시오.



## 2. 검량 문제

### 문제 및 원인

검량 표준물질을 수작업으로 준비하는 과정에서 오류가 도입될 수 있습니다. 이러한 오류로 인해 개발 중인 선형 회귀가 부정확해지고 미지의 시료에 대해 잘못된 농도가 계산됩니다. 검량 오류의 원인으로 다음과 같은 것들이 있습니다.

- 검량에서 벗어난 피펫
- 불충분한 세척/담금으로 인한 유리 제품 오염
- 용기에서 직접 피펫팅하여 원액이 교차 오염됨. 항상 별도의 튜브에 분주하고 사용하지 않은 원액은 폐기
- 단일 원소 원액에서 다원소 표준물질을 준비할 때 실수로 잘못된 원액 선택
- 다원소 표준물질에서 필요한 원소의 누락 또는 배가
- 유효 기간이 만료된 원액
- 부적절한 보관으로 인한 원액 또는 표준물질의 변성
- 낮은 시약 품질
- 안정화에 올바르지 않은 산 사용

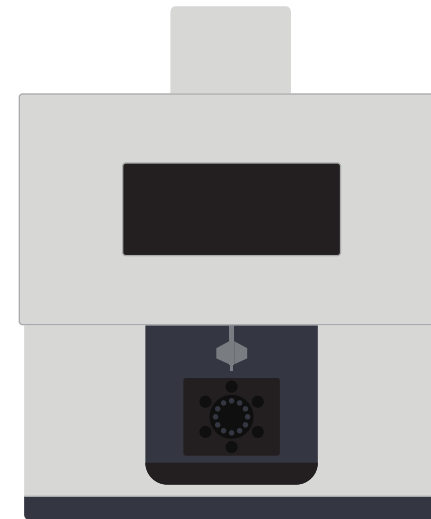
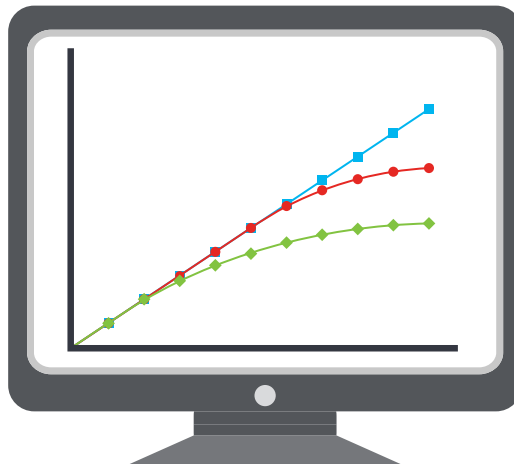
### 무엇을 해야 할까요?

검량의 정확도를 보장하려면 다음과 같이 해보십시오.

- 다른 공급업체의 원액으로 만든 초기 검량 검증(ICV)을 측정하여 검량 표준물질의 정확도를 항상 확인하십시오.
- 단일 원소 원액으로 다원소 표준물질을 만드는 경우, 항상 분석 인증서(CoA)에서 오염 수준을 확인하여 무시할 수 있는 수준인지 확인하십시오.
- ICP 품질 표준물질이 권장됩니다. 원자 흡수 분광기 품질 표준물질은 높은 수준으로 오염되어 있는 경우가 많고 다른 원소와 호환되지 않는 염으로 제조될 수 있으므로 사용을 피하십시오.
- 희석된 질산 매트릭스에서 제조할 때 Mo, Ti, Sb 및 Sn 원소를 포함하는 검량 표준물질은 더 자주 준비해야 합니다. 안정성이 낮기 때문에 이 방법이 권장됩니다.
- 특히 넓은 농도 범위에서 측정할 때 낮은 분석물 농도에서의 정확도를 향상시키려면 가중 보정 피팅을 사용하십시오.

표준 작업 절차서(SOP)를 통해 올바른 실험실 절차를 문서화하면 잘못된 검량 용액 준비와 관련된 많은 문제를 방지할 수 있습니다. 검량 문제는 다음과 같이 해결할 수 있습니다.

- 재검량 날짜의 전자 기록과 함께 모든 피펫에 참조 번호 추가 재검량 날짜 스티커가 각 피펫에 붙어 있어야 합니다.
- 실험실에서 사용한 실험실 용품 청소와 관련하여 엄격하고 입증된 규정을 따릅니다.
- 검량 용액 준비에 다원소 원액 표준물질을 사용합니다.
- 원액의 전자 만료일을 기록하여 만료 날짜가 지나면 실험실 품질 시스템이 폐기 메시지를 표시할 수 있도록 합니다.



### 3. 오염 - 블랭크, 표준물질 및 시료

#### 문제 및 원인

블랭크, 표준물질 및 시료의 화학적 오염은 동일하게 준비된 실험실 시약 블랭크의 QC 판독이 틀리게 나오는 것으로 알 수 있습니다. Laboratory Control Sample(LCS)에 대한 결과 불량 또는 매트릭스 첨가 복제 용액(MSD)과의 비교 불량도 지표가 될 수 있습니다.

오염은 다음과 같은 여러 가지 이유로 발생할 수 있습니다.

- 불충분한 샘플링 절차
- 오염된 시약
- 부적절하게 청소된 분해 및 보관 용기
- 실험실용 정수기 결함

기기의 시료 도입 시스템에서 시료가 바뀔 때 여분이 남는 경우도 흔하게 발생합니다. 시료에 고농도의 흡수성 성분이 있을 때 이러한 잔류 문제가 많이 발생합니다. 이 경우 비정상적으로 높은 결과와 정확도 및 정밀도의 저하가 관찰됩니다. 신호가 안정화되기 전에 첫 번째 복제 용액의 방출 카운트가 높게 나타나고 두 번째 복제 용액에 대한 카운트가 감소하는 모습이 관찰됩니다.

#### 무엇을 해야 합니까?

오염 문제를 쉽게 확인하려면 시료의 분해 복제 용액을 주기적으로 완벽하게 준비 및 실행하여 오염을 확인하십시오. 블랭크 용액의 강도를 확인하고 이 값을 이전 분석에서 실행된 블랭크 용액과 비교할 수도 있습니다. 판독값이 지나치게 높으면 오염되었을 가능성이 있으므로 블랭크 용액을 교체하십시오.

이전 시료의 잔류로 시료가 오염된 경우, 시료 사이의 행균 시간을 늘리십시오.

오염을 방지하려면 실험실 SOP에 시료 채취 및 준비 방법, 그리고 실험실 기구 청소 방법에 대한 지침을 포함시키십시오. 그런 다음에는 SOP를 따라야 합니다.



#### 4. 시료 준비 문제 및 혼합

##### 문제 및 원인

시료를 잘못 준비하면 잘못된 결과가 얻어집니다. 분해 전에 한 가지 산을 잊어버리고 넣지 않았을 수 있습니다. 예를 들어, 백금족 금속을 분해하려면 HCl 산뿐만 아니라 HNO<sub>3</sub> 산도 필요합니다. 분석하려는 원소에 화학적으로 호환되지 않는 산을 사용했을 수도 있습니다. 예를 들어, Ba 또는 Pb를 분석할 때 시료에 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 추가하면 해당 원소가 용액에서 석출됩니다.

##### 무엇을 해야 하나요?

시료 준비 문제를 식별하려면 항상 모든 분석에 관심 시료와 유사한 매트릭스를 가진 Laboratory Control Sample(LCS)을 포함시키십시오. 인증된 표준물질을 시료와 동일한 방식으로 준비해야 합니다. 그러면 시료 준비 과정에서의 문제를 감지하는 데 사용할 수 있는 알려진 농도의 시료가 마련됩니다.

**팁:**  
시료 분해 절차에서 HCl 산을 사용하는 경우 ICP 분석법에 염소를 포함시키십시오.  
그러면 문제를 해결하는 데 도움이 됩니다 - Cl 없음?  
시료 준비 중에 누군가가 HCl 산을 넣는 것을 잊었습니다.



## 5. 고 매트릭스 시료

### 문제 및 원인

시료에 많은 수의 원소가 있고 농도가 모두 다르면 복잡한 상호 작용이 발생할 수 있습니다. 이 상황으로 인해 결과가 높아지거나 억제될 수 있습니다. 예를 들어, Na 및 K의 알칼리 금속, 경우에 따라 Ca 및 Mg의 알칼리 토금속과 같이 쉽게 이온화할 수 있는 원소(EIE)의 농도가 높아지면 다른 분석물의 결과가 높아지거나 억제될 수 있습니다.

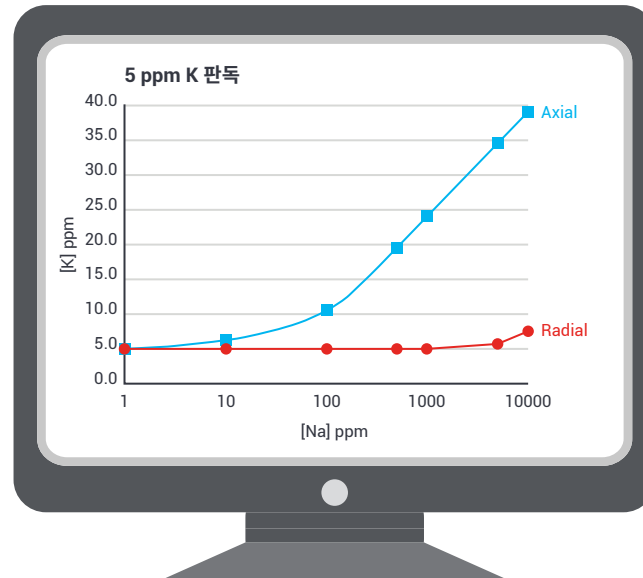
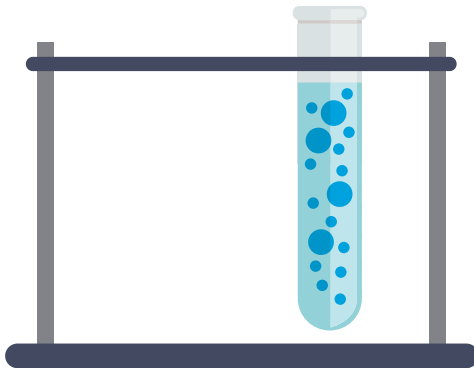
분석 전에 알 수 없는 시료에서 알칼리 금속 또는 알칼리 토류 원소의 유무와 대략적인 농도를 빠르게 식별할 수 있어야 합니다. 그러면 다양한 농도에 맞게 전략을 수립할 수 있습니다.

매트릭스 첨가 복제 용액(MSD)의 회수가 불량한지 여부를 보고 EIE 간섭 발생을 쉽게 확인할 수 있습니다. 대부분의 분석물에서 EIE 간섭으로 결과가 억제되는 상황이 발생합니다. 알칼리 금속 및 알칼리 토금속의 경우에는 결과가 정상보다 높아집니다.

### 무엇을 해야 할까요?

EIE의 영향을 피하기 위한 몇 가지 방법을 알려드립니다.

- 내부 표준 원소를 포함시키고 내부 표준물질 보정 활성화
- 시료를 희석하는 것만으로 양호한 회수율을 다시 확보할 수 있습니다. 이 권장 사항에서는 관심 원소가 기기의 분석법 검출 한계(MDL) 이상으로 희석되지 않는다고 가정합니다.
- 검량 표준물질 매트릭스를 시료의 매트릭스와 일치시킵니다. 시료를 전혀 모르는 경우에는 이 방법이 어려울 수도 있습니다.
- 플라즈마의 횡방향(radial) 보기를 이용하여 시료 측정



시료에서 Na의 농도가 증가함에 따라 K의 회수율은 억제될 수 있습니다. 축방향(axial) 보기 모드에서 플라즈마를 볼 때는 영향이 더 뚜렷합니다.

## 6. 범위를 벗어난 시료

### 문제 및 원인

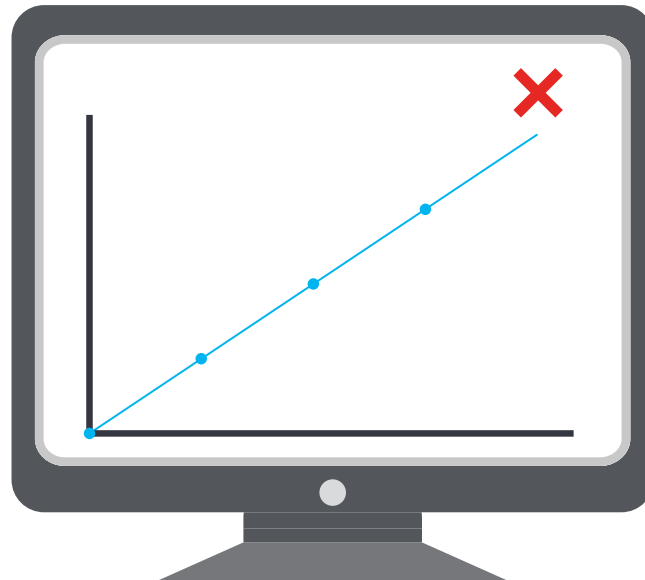
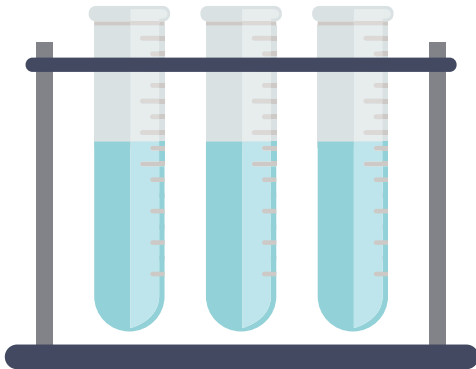
예상치 못하게 높은 농도의 분석물은 측정된 시료 농도가 검량 범위를 벗어났음을 의미할 수 있습니다. 이 상황은 시료를 다시 측정하게 되는 일반적인 이유입니다. 결과가 검량 범위를 벗어났음을 나타내는 오류 플래그가 나타나므로 이 문제는 결과 내에서 쉽게 확인됩니다. 범위 초과 농도에 대한 검량 선형성을 확인하지 않고 검량 범위를 벗어난 결과를 보고해서는 안됩니다.

오류를 복구하기 위해 간단히 희석하거나 추가 표준물질을 시료로 추가하고 선형성을 검사할 수 있습니다. 희석을 할 때 오염이 발생하지 않도록 주의해야 합니다.

### 무엇을 해야 할까요?

범위 초과 문제를 즉시 피할 수 있는 쉬운 방법이 있습니다.

- 최신 ICP-OES 기기를 사용하면 모니터링할 수 있는 광범위한 파장을 이용할 수 있습니다. 측정 중인 원소에 대해 여러 개의 방출 라인을 선택할 수 있습니다. 일부는 매우 민감하고 다른 일부는 덜 민감합니다. 일부 파장에서 범위 초과 경고가 표시되면 간단히 해당 분석물에 대해 덜 민감한 라인으로 전환하면 되고 희석할 필요가 없습니다.
- 덜 민감한 대체 파장을 사용하지 않으려면 ICP-OES 소프트웨어와 통합된 자동 희석기를 사용하십시오. 그러면 범위 초과 시료가 자동으로 희석됩니다.
- 플라즈마의 횡방향(radial) 보기를 사용하여 고농축 시료를 측정하십시오.



추가 정보:

[www.agilent.com/chem/](http://www.agilent.com/chem/)

온라인 구매:

[www.agilent.com/chem/store](http://www.agilent.com/chem/store)

기술적 질문에 대한 해답을 얻고 self-help 자원에 액세스하십시오.

[community.agilent.com](http://community.agilent.com)

미국 및 캐나다

**1-800-227-9770**

[agilent\\_inquiries@agilent.com](mailto:agilent_inquiries@agilent.com)

유럽

[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)

아시아 태평양

[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
2019년 9월 24일, 한국에서 발행  
5994-1263KO

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

