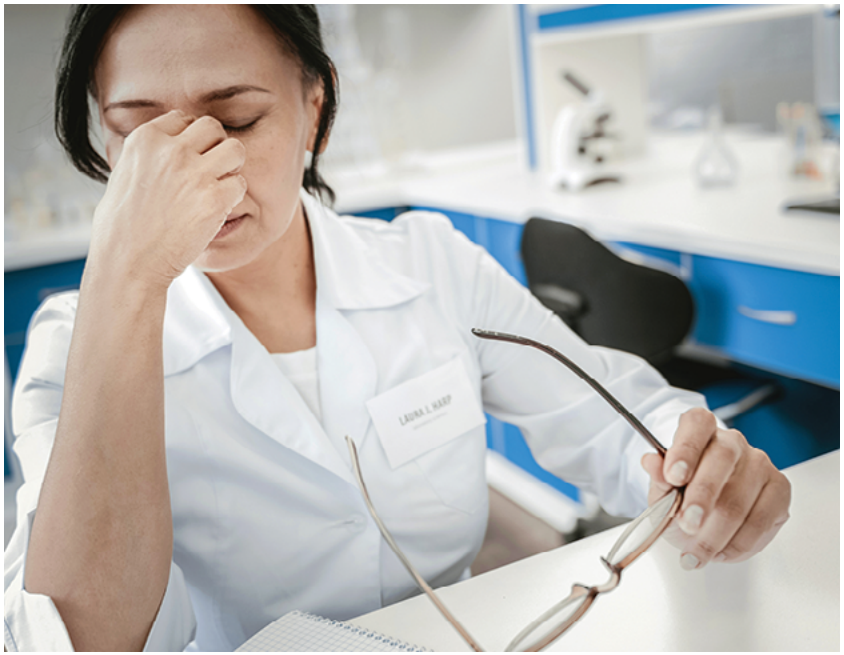
ICP-MS 분석을 비생산적으로 만드는 타임 트랩을 제거하는 방법

Agilent

Trusted Answers

ICP-MS 워크플로에서의 타임 트랩

유도 결합 플라즈마 질량 분석법(ICP-MS)은 다양한 시료 유형에서 극미량 원소와 주원소를 측정하는 데 사용되는 안정적인 기술입니다. ICP-MS는 식품, 농업, 환경, 지구 화학 및 지질학, 재료 및 반도체, 석유화학, 생명 과학, 임상 연구 및 핵에너지를 비롯한 산업에서 사용됩니다.



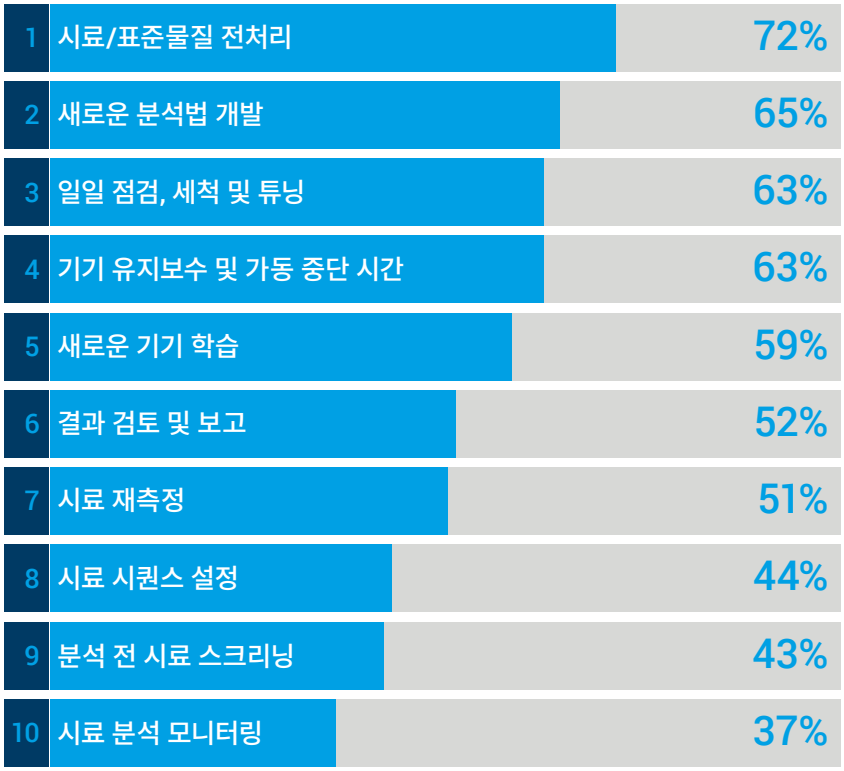
ICP-MS는 높은 감도, 매트릭스 내성 및 광범위한 농도 범위에서의 원소를 측정할 수 있는 능력으로 잘 알려져 있습니다. 먹는 물 및 환경 모니터링부터 식품 안전 및 의약품 제조에 이르기까지 일반 응용 분야와 규제 응용 분야에서 ICP-MS를 선택하는 이유는 간단한 스펙트럼과 신뢰할 수 있는 간섭 제어이기 때문입니다.

많은 실험실에서 다른 원자 분광 기술을 ICP-MS로 전환하거나 ICP-MS를 업그레이드해 검출 한계를 개선하고 시료 처리량을 증대하고자 합니다. ICP-MS가 아직 생소한 실험실에서는 ICP-MS를 배우거나 사용하는 것이 어렵고 운영 및 유지보수에 비용이 많이 드는 것으로 인식하고 있습니다. 이러한 인식으로 인해 일부 실험실에서는 ICP-MS 채택을 망설이기도 합니다.

ICP-MS를 이미 사용하고 있는 실험실에서는 분석법 및 워크플로 최적화에 어려움을 겪을 때도 있지만, 이러한 어려움은 ICP-MS 설정 및 운영의 불가피한 부분이라고 생각합니다. ICP-MS 방법론을 최적화하지 않은 실험실의 경우, 비생산적이고 다수의 불필요한 작업, 즉 타임 트랩이 생산성과 수익성에 영향을 미칠 수 있습니다. 이러한 타임 트랩은 시간 낭비 그 이상의 비용 손실을 유발할 수 있습니다. 수동 분석법 설정, 기기 점검 및 반복 분석 등의 과중한 부담에 시달리는 직원들은 직장에 대한 만족도가 떨어지고, 실수할 가능성이 높아집니다. 실수는 재분석으로 이어지며, 시료 처리 시간과 보고되는 결과의 품질에도 영향을 미칩니다. 이는 실험실의 평판에 영향을 줍니다.

주요 타임 트랩

최근 온라인 설문 조사[1]에서는 실험실 관리자를 대상으로 ICP-MS 분석에 가장 큰 영향을 미치는 일반적인 타임 트랩을 조사했습니다. 조사 결과는 다음과 같습니다.



이러한 타임 트랩을 일상적인 운영에서 받아들여야 하는 즉, ICP-MS 분석에서 피할 수 없는 부분으로 생각할 수 있습니다. 그러나 분석을 수행하는데 더 효율적이고 개선된 방법이 있을 수 있습니다. 삶을 보다 더 수월하게, 직원들은 더 만족스럽게, 그리고 여러분의 결과를 더 신뢰하게 할 수 있는 방법이 있습니다.

대부분의 정교한 과학 기술과 마찬가지로 ICP-MS를 사용해 정확하고 재현성 있는 결과를 얻으려면 일정 수준의 지식과 경험이 필요합니다. 다행히도 기기가 자동화됨에 따라 분석을 수행하는 데 필요한 전문 지식의 수준이 낮아지고 있습니다. 최신 ICP-MS 기기에는 사전 정의된 분석법 템플릿, 자동 최적화 루틴, 성능 검사와 자가 진단 센서 및 모니터가 포함되어 있습니다. 이러한 내장 기능은 전에 경험이 풍부한 작업자가 갖춰야 했을 수준의 전문 지식을 그대로 재현해냅니다.

도움을 제공하는 것은 이 기기의 기능뿐만이 아닙니다. 분석 수행 방법에 대한 간단한 변경으로 실험실 프로세스를 개선할 수 있습니다.

이 e-book에서는 일상적 ICP-MS 분석에 영향을 미치는 일반적인 타임 트랩을 조사하고, 타임 트랩이 미치는 영향을 최소화하거나 예방할 수 있는 방법을 제안합니다.

1. 2020년 9월 애질런트가 실시한 설문 조사. 100% 랭킹은 응답자 모두가 가장 주요한 타임 트랩으로 랭킹을 매긴 것을 나타냅니다.

목차

분석 전
시료 스크리닝
시료 시퀀스
설정
시료/표준물질
전처리
시료 분석
모니터링
일일 점검,
세척 및 튜닝
결과 검토
및 보고
새로운
분석법 개발
시료
재측정
새로운 기기
학습
기기 유지보수 및
가동 중단 시간

새로운 기기 학습

타임 트랩

ICP-MS를 처음 접하는 사용자들은 ICP-MS를 배우고 운용하는 것이 어려울 것이라고 여깁니다. 한 브랜드의 ICP-MS에 익숙하고 다른 브랜드는 사용하기 쉬울지 잘 모르는 사용자들도 비슷한 가정을 합니다. 다른 고급 분석 기기와 마찬가지로 ICP-MS를 효과적으로 사용하는 방법을 배우려면 시간이 필요합니다. 하지만, 최신 ICP-MS 기기는 학습 프로세스를 훨씬 간결하고 단순하게 만들어 주는 소프트웨어 인터페이스와 워크플로 솔루션을 제공합니다.

일부 실험실에서는 새로운 기기의 학습을 피하고자 기존 기기를 계속 사용하거나, 낡은 기기를 동일한 유형의 다른 기기로 교체하여 사용하고 있습니다. 실험실에서 기존 기기의 제한사항을 피해가며 일하는 경우가 많은데 새로운 기기를 설치하는 것보다 이 방법이 더 쉬운 해결책이라고 생각합니다. 하지만, 상업적 실험실은 비즈니스를 위해 경쟁하고 있고, 경쟁 실험실에서 설치한 최신 시스템보다 성능이 부족한 구형 기기를 유지하는데 더 많은 비용이 들 수 있습니다. 기능이 더 뛰어난 기기는 현재 측정할 수 없는 시료를 분석할 수 있는 기능을 제공해 줄 수 있습니다. 그러면 분석 속도와 정확성이 개선되고, 비즈니스를 확대해 다른 산업을 지원할 수도 있을 것입니다. 대부분의 최신 ICP-MS 시스템에는 기존 기기로부터 기존 분석법을 이전하고 기기 설정 프로세스를 간소화하는 기능이 포함되어 있습니다.

솔루션

새로운 기기를 선택할 때 올바른 질문하기

새로운 ICP-MS 구매를 고려할 때 다음과 같은 팁이 도움이 될 수 있습니다.

- 일상적으로 분석하게 될 대표적인 시료 범위로 기기를 테스트하세요. 모든 기기의 성능이 동일할 것이라고 여기거나 또는 홍보 사양에만 의존하지 마세요. 실제 성능 차이는 가장 까다롭고 복잡한 고 매트릭스 시료에서 가장 분명하게 보입니다. 가장 까다로운 시료 유형에 대한 성능을 테스트해 보세요.

  실험실의 워크플로와 일치하는 방식으로 시스템을 시연하도록 공급업체에 요청하세요. 광범위한 분석법 설정 없이 시료를 "받은 그대로" 일상적으로 분석하는 경우, 테스트 시료 또한 같은 방법으로 분석하도록 요청하세요. 이를 통해 시스템 실행이 얼마나 쉬운지를 이해하게 됩니다.
- 실험실을 어떻게 운영하고 있는지 생각해 보세요. 숙련된 분석자가 설정한 분석법을 사용하여 비전문의 교대 화학자가 일상적인 시료 분석을 하고 있습니까? 만약 그렇다면, 정의된 워크플로대로 일상 분석을 하는지 확인하는데 사용 가능한 간소화된 인터페이스가 있는지 확인하세요.
- 분석자가 동시에 여러 기기 또는 기술을 관리하고 있습니까? 태블릿과 같은 모바일 장치에서 실행할 수 있는 기기 인터페이스가 있으면 분석자는 실험실이 아닌 곳에서도 시료 분석을 모니터링할 수 있습니다. 분석 상태를 전달하는 명확한 시각적 지표가 화면에 표시되는 것도 중요합니다. 한 시간 전에 QC가 실패된 것을 실험실에 돌아온 후 발견해서 이전의 여러 시료를 반복 측정해야 하는 상황은 원하지 않을 것입니다.
- 시연 중에 서로 다른 시료 유형에 따라 변경해야 할 분석법 설정(있을 경우)을 확인하세요. 실험실에서 다양한 시료 유형을 분석하는 경우, 시료 유형을 변경할 때마다 여러 가지 분석법 설정을 조정해야 한다면 거대한 타임 트랩이 발생합니다.
- 공급업체가 제공하는 지원 및 교육도 중요한 고려사항입니다. 기기를 설치한 후 실험실에서 받을 수 있는 실습 교육이 있습니까? 나중에 문제가 발생하면 도움을 받을 수 있는 원격 지원에 액세스할 수 있습니까? 아니면 서비스 엔지니어가 방문할 때까지 기다려야 합니까? 이와 같은 지원 서비스 품질은 어떻습니까? 또 다른 고려사항은 현재 제공되는 트레이닝과 교육입니다. 각 기기 제조업체의 웹 사이트에서 어떤 트레이닝과 교육 과정을 제공하는지, 얼마나 자주 제공하는지, 온라인 및/또는 강의실에서 진행되는지 확인하세요. 강의실에서 진행되는 경우, 교육 장소가 가깝습니까?

무료 교육 이용

'사용방법' 동영상을 youtube.com이나 다른 웹사이트에서 확인할 수 있습니다. 교육과 정보를 제공하는 훌륭한 소스가 있습니다. 예를 들어, Youtube에서 애질런트가 제공한 ICP-MS 동영상을 찾아볼 수 있습니다.

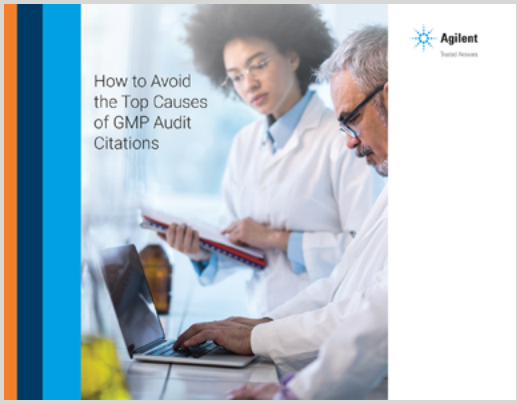
기기와 함께 제공되는 모든 리소스 사용

대부분의 새로운 기기에는 신규 사용자가 쉽게 사용할 수 있도록 다양한 정보와 도구가 함께 제공됩니다. 예를 들어, Agilent 7850 기기는 기기 소프트웨어의 일부인 광범위한 도움말 및 학습 센터를 통해 동영상과 '사용방법' 가이드를 제공합니다. 신규 사용자와 경험이 있는 사용자 모두를 위한 많은 정보가 포함된 ICP-MS 리소스 허브도 있습니다.

또한, 기기에는 분석법 개발을 쉽게 이해할 수 있는 즉시 사용 가능한 분석법(및/또는 분석법 개발 도구)이 함께 제공됩니다. 이러한 분석법은 동위원소 선택, 내부 표준물질 선택, 사용할 셀 가스 모드, 설정할 적분 시간과 같이 신규 사용자가 어려움을 겪을 수 있는 대부분의 분석법 파라미터가 사전에 정의되었습니다. 사전 정의된 분석법을 사용하면 새로운 분석법 개발 시간을 줄이고 절차를 간소화할 뿐만 아니라 분석법 설정 오류 가능성도 줄일 수 있습니다.

SOP를 사용한 일상 워크플로 문서화

훌륭한 문서는 분석자가 새로운 기기를 빠르게 학습하는 데 도움이 됩니다. 표준 작업 절차서(SOP)에는 일반적인 문제 해결을 위한 팁뿐만 아니라 많은 이미지와 함께 명확한 단계별 지침이 포함되어야 합니다. 애질런트와 같은 기기 공급업체는 일반적인 ICP-MS 분석을 위해 사전 작성된 SOP 양식을 제공하기 때문에 사용자가 회사의 SOP 양식에 맞게 수정하거나 그대로 사용할 수 있습니다. 훌륭한 ICP-MS 분석 SOP를 처음부터 작성하는 것은 몇 주의 시간을 필요로 하기에 기존 양식을 활용할 수 있다면 많은 시간을 절약할 수 있습니다.



효과적인 SOP 작성 방법

제약 산업을 대상으로 작성되었지만, SOP를 사용하는 모든 실험실에 적용가능한 이 eBook은 다음과 같은 SOP 작성 방법을 보여줍니다.

- 쉽게 읽고 이해할 수 있는 SOP 작성
- 유용한 SOP 작성을 통해 규제 준수 요건의 균형 맞추기
- SOP 테스트 및 일관성 보장

e-Book 다운로드

새로운 분석법 개발

타임 트랩

실험실에서 새로운 ICP-MS 분석법을 개발, 최적화, 검증 및 문서화하는데 오랜 시간이 걸릴 수 있습니다. 특히, ICP-MS에 익숙하지 않다면 말입니다. 규제 준수를 위한 성능 테스트와 분석법 문서화가 업무를 가중시켜 전체 프로세스를 완료하는 데 몇 주 심지어는 몇 달이 걸릴 수 있습니다. 새로운 분석법을 개발하거나 익숙하지 않은 ICP-MS 시스템을 설치해야 한다면 어디서부터 시작해야 합니까? 시간을 줄이는 방법은 무엇입니까?

목차로 돌아가기

솔루션

입증된 기존 분석법 사용

새로운 ICP-MS 기기에는 사전 개발된 분석법 템플릿이 포함되어 있을 수 있습니다. Agilent 7850은 환경 시료에 대한 EPA 6020, 200.8, ISO 17294 및 의약품 제조를 위한 USP/ICH/ChP 분석법을 포함해 많은 응용 분야를 대상으로 하는 사전 개발 분석법 또는 '사전 설정' 분석법과 함께 제공됩니다. 또한, 7850은 매트릭스 수준이 다른 시료에 대한 최적화된 설정의 일반 분석법도 포함하기 때문에 특정 분석물질, 내부 표준물질, 시료 주입 설정에 따라 수정할 수 있습니다. 일단 수정이 적용되면 분석법 및 파라미터를 비롯한 검량 레벨 및 QC 설정과 같은 관련 정보를 '배치 파일'로 저장할 수 있습니다. 배치 파일은 차후의 시료 배치에서 템플릿으로 사용할 수 있기 때문에 설정 시간을 상당히 줄일 수 있습니다. 배치 파일은 다른 분석자가 기기를 실행할 때도 분석법 설정이 일관되게 적용되도록 합니다.

ICP-MS 기기는 분석자를 위해 특별히 개발된 분석법으로도 제공될 수도 있습니다. ICP-MS 시연을 위해 시료를 보내거나 가져올 때 공급업체의 응용 화학자가 분석에 사용한 분석법을 템플릿으로 저장할 수도 있습니다. 이 템플릿은 사용자에게 제공되거나 설치하는 동안 사용자 시스템에 불러 올 수 있기 때문에 성능이 입증된 효과적인 분석법을 여러분의 시료에 적용할 수 있습니다.

관련 분석법 템플릿이 기기와 함께 제공되지 않더라도 US EPA, AOAC 공식 분석법 및 ASTM 분석법 웹사이트에 게시된 분석법에 액세스할 수 있습니다. 사용하는 기기에 따라 약간의 조정이 필요하지만, 이러한 분석법은 유용한 출발점이 될 수 있습니다. Agilent community(community.agilent.com)와 같은 온라인 커뮤니티에 들어가서 질문하고 비슷한 분석법을 만든 다른 사용자들의 경험을 배울 수 있습니다. 장비 제공업체 웹사이트에 게시된 응용 자료도 유용한 정보 소스입니다. 마지막으로 대부분의 기기 공급업체는 분석법 개발 컨설팅 서비스를 제공하는데, 이는 시료 또는 분석법이 매우 특이한 경우에 유용한 솔루션이 될 수 있습니다.

새로운 분석법 정의

기존 또는 사전 정의된 분석법 템플릿을 사용하든지, 처음부터 새로 시작하든지 특정 파라미터는 장기적인 분석 성공에 매우 중요합니다. 측정하는 시료의 매트릭스 농도를 다루면서 모든 스펙트럼 중첩을 처리하도록 분석법을 정확하게 설정하는 것이 가장 중요한 작업 중 하나입니다.

ICP-MS의 매트릭스 내성은 CeO/Ce 비율을 사용해 모니터링하는 플라즈마의 견고성에 따라 결정됩니다. 분석법에 정해진 플라즈마 조건이 분석할 매트릭스 농도와 시료 유형을 처리하는 데 적절한지 확인하세요. 보다 높은 매트릭스 시료에는 더 견고한(더 낮은 CeO/Ce 비율) 플라즈마 조건을 설정해야 합니다. 필요한 수준보다 견고성이 낮은 상태로 실행하면 매트릭스 증착, 유지보수 빈도 증가, 신호 드리프트, QC 부적합, 시료 재분석과 같은 장기적인 문제가 발생할 수 있습니다.

표준 참조 물질을 사용하여 분석법 성능 검증

인증 표준물질 또는 표준 참조물질(CRMs/SRMs)을 분석해 분석법 성능을 검증하는 것은 분석법이 정확한 결과를 생성하는지를 확인하는 좋은 방법입니다. 광범위한 시료 유형을 포함하는 이 물질들을 공급하는 많은 공급업체가 있기 때문에 시료의 매트릭스와 비슷한 물질을 찾을 수 있습니다.

시료 전처리와 분석 성능을 확인하기 위한 표준물질은 실험자의 시료와 동일한 시료 전처리 프로세스를 거쳐야 합니다. 그 다음에 표준물질을 각 시료 배치에 추가하고 미지 시료와 동일한 방법으로 분석합니다. 분석법에서 표준물질의 각 원소에 대한 인증 값과 일치하는 결과가 나오면, 시료 전처리의 회수율이 양호함을 나타냅니다. 표준물질에 대해 정확한 결과를 얻으면 검량 또한 정확하다는 것을 확인할 수 있습니다.

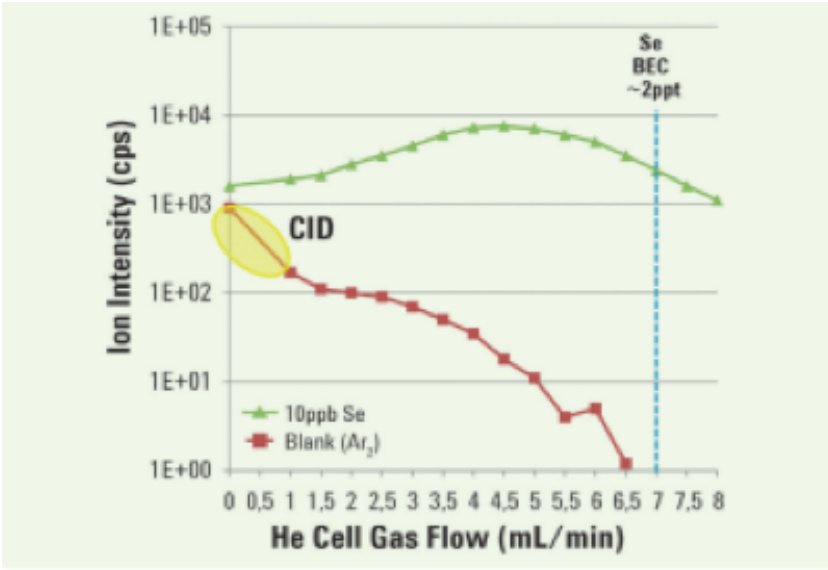
동중원소 간섭 제어를 위한 헬륨 모드 사용

동중원소 간섭 제어는 대부분의 ICP-MS 분석법에서 매우 중요한 요구 사항입니다. 다양하고 복잡한 고 매트릭스 시료인 경우가 많은 식품 및 환경 응용 분야에서는 간섭이 문제가 될 수 있습니다. Agilent ICP-MS 시스템은 헬륨(He) 충돌 모드에 대해 최적화된 충돌/반응 셀(CRC)을 사용해 일반적인 동중원소 간섭에 간단하고 신뢰할 수 있는 솔루션을 제공합니다.

대부분의 충돌/반응 셀(CRC)은 충돌 또는 반응 모드에서 사용할 수 있지만, 셀 설계를 통해 충돌 셀이나 반응 셀에 더 나은 성능을 제공할 수 있습니다. 비활성 가스(예: He) 또는 반응성 가스(예: H_2, O_2, NH_3 등)가 셀에 추가되었는지의 여부에 따라 모드(충돌 또는 반응)가 달라집니다. 일상적인 다원소 분석의 경우 (He) 충돌 모드가 다른 반응성 셀 가스에 비해 더 보편적으로 사용되기 때문에 다원소 분석과 다양한 미지 시료 유형에는 He 모드가 훨씬 더 적합합니다.

He 모드는 운동 에너지 판별(KED)을 사용해 동중원소 이온은 필터링하고 원자 이온은 셀을 통과하도록 합니다. KED는 동중원소(분자) 이온이 같은 질량의 원자 이온보다 횡단면이 크다는 사실을 활용하는 물리적 프로세스입니다. 결과적으로 동중원소 이온은 셀 가스와 더 자주 충돌하고 더 많은 에너지를 잃기 때문에 셀 출구에서 바이어스 전압을 사용하여 거부될 수 있습니다. He 충돌 모드는 모든 일반적인 동중원소 이온 중첩에 효과적이기 때문에 대부분의 원소에 사용할 수 있고, 복잡한 미지 매트릭스를 포함하는 다양한 유형의 시료에 적용할 수 있습니다. 일반적인 매트릭스 기반 동중원소 간섭이 제거되기 때문에 모든 전형적인 분석물질 중 선호하는 동위원소에 접근할 수 있습니다. 또한, He 모드는 2차, 정성 동위원소에서 일반적인 동중원소 중첩을 제거합니다. 정성 동위원소를 측정하면 분석 시간이 몇 초 늘어나지만, 이를 통해 1차 동위원소를 사용해 보고된 결과를 확인할 수 있습니다. 결과 확인을 위해 추가 동위원소를 사용하는 환경 및 제약 산업의 규제 분석법에서 2차 동위원소 사용을 권장합니다.

CRC에서 단일 헬륨 모드를 사용하면 분석법 설정을 간소화해 많은 시간을 절약할 수 있고, 시료 간 분석 시간도 감소합니다. 다른 분석물질에 대해 다른 셀 가스를 사용하는 경우, 셀에서 가스를 배출하여 셀 가스가 변경되는 동안 지연이 발생합니다. 이로 인해 모든 분석물질에 헬륨을 사용하는 경우에 비해 총 분석 시간이 상당히 추가됩니다.



Se에서의 Ar_2 간섭 감소는 헬륨 모드가 동중원소 간섭을 감소시키는 방법을 보여주는 좋은 예입니다. 헬륨 유속이 7mL/분일 때 Ar_2가 ^{78}Se 신호에 미치는 영향이 최소화되는 수준으로 감소합니다.

일반적인 동중(polyatomic)원소 중첩에는 효과적이지만, He 모드로는 동중(isobaric)원소 중첩 또는 2가 전하 간섭 문제를 해결할 수 없습니다. 분석물질 농도가 매우 낮고 특수한 중첩의 경우에는 반응 가스가 보다 효과적으로 간섭을 제거하고 검출 한계를 낮출 수 있습니다. 하지만, SQ ICP-MS의 다중원소 분석에는 반응 모드를 일반적으로 적용할 수 없습니다. SQ ICP-MS에서, 반응 가스는 다른 분석물질과 중첩을 일으키는 반응 생성 이온을 형성하는 등의 새로운 오류를 발생시킬 수 있습니다.

충돌/반응 셀에서 반응 화학을 제어하는 기능은 QQQ ICP-MS(ICP-QQQ)의 뛰어난 이점 중 하나입니다. ICP-QQQ는 추가적인 질량 선택 단계(Q1)를 사용해 셀에 들어가 반응하는 이온을 제어하기 때문에 SQ 기기에서 반응 모드에 영향을 미칠 수 있는 중첩을 제거합니다.

주의: 현재 US EPA에서 분석법 200.8을 사용해 먹는 물을 측정할 때에는 셀 가스 사용을 허용하지 않습니다. 셀 가스는 보다 복잡한 매트릭스로 인해 동중원소 간섭으로 이어질 가능성이 높은 지하수 및 폐수와 같은 다른 시료 유형을 측정할 때 허용되며, 여기서 He 모드는 이 간섭을 제거합니다.

2가 전하 간섭 수정

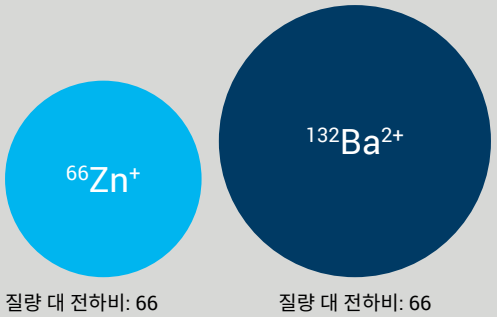
매트릭스와 분석물질 농도가 상대적으로 특이하게 조합되면 He 모드를 사용해도 제거되지 않는 2가 전하 이온 간섭이 발생할 수 있습니다. Barium(Ba)을 포함하는 일부 원소와 Nd, Sm 및 Gd와 같은 희토류 원소(REE)는 2차 이온화 전위가 상대적으로 낮습니다. 이는 이러한 원소가 플라즈마에서 2가 전하 이온을 형성하는 비율이 낮다는 의미입니다. 2가 전하 이온 간섭은 동중원소 이온과 비교하면 큰 문제는 아니지만, 시료에 상대적으로 높은 농도의 REE가 함유되어 있는 경우 극미량 비소(As) 및 셀레늄(Se) 분석에 영향을 미칠 수 있습니다. 응용 분야에 극미량 As 및 Se 분석이 필요한 경우 2가 전하 REE로 인한 영향을 Agilent ICP-MS MassHunter 소프트웨어에 내장된 '반 질량 보정'을 사용해 제거할 수 있습니다. 시료에 Ba 또는 REE가 함유되어 있는 경우 ICP-MS에서 반 질량 보정을 사용하면 정확성을 개선하고 As 및 Se에 대한 검출 한계를 낮출 수 있습니다.

올바른 내부 표준물질 선택

특정 응용 분야를 위한 Agilent 7850 사전 설정 분석법에는 해당 응용 분야에서 측정하는 일반적인 시료에 적합한 것으로 확인된 기본적인 내부 표준물질(ISTD)이 포함되어 있습니다. 새로운 시료 유형 및 일반적인 분석법의 경우 적절한 내부 표준물질 원소를 선택하는 것이 정확하고 안정적인 분석을 수행하는 데 도움을 줄 수 있습니다. 규제 분석법의 일부로 ISTD 원소가 지정되지 않은 경우 간단한 지침의 도움을 받아 다음에 해당하는 적합한 원소를 선택할 수 있습니다.

- 시료에 존재하지 않음
- 보정하는 분석물질과 동일한 질량 범위를 가짐
- 보정하는 분석물질과 이온화 전위가 비슷함
- 분석 원소와 화학적으로 호환되고, 화학적으로 안정한 형태로 존재함
- 시료 유형에서 간섭을 받을 가능성이 없음[2]
- 분석 원소에서 간섭을 유발할 가능성이 없음[2]

모든 분석물질의 질량과 이온화 전위 측면에서 완벽하게 일치하는 내부 표준물질을 찾는 것이 가능하지 않은 경우가 많습니다. 따라서 타협이 필요합니다. 먹는 물과 같은 간단한 시료 매트릭스는 단 하나의 중간 질량 내부 표준물질을 사용해 성공적으로 분석할 수 있는 경우가 많습니다. 복잡한 고 매트릭스 시료에서의 분석 정확성과 안정성은 질량 범위 전반에서 여러 가지 내부 표준물질을 사용해 다양한 이온화 전위를 바탕으로 개선할 수 있는 경우가 많습니다.



ICP-MS 기기에서 사용되는 사중극자 질량 필터는 질량 대 전하비(*m/z*)에 따라 이온을 분리합니다. $^{66}Zn^{+}$ 및 $^{132}Ba^{2+}$의 질량 대 전하비가 66*m/z*로 동일하기 때문에 이러한 이온을 분리하는 데 사중극자 질량 필터를 사용할 수 없습니다.

반 질량 보정을 사용해 2가 전하 이온 간섭을 제거하는 방법에 관한 자세한 내용은 애질런트 기술 개요에서 확인할 수 있습니다. "Agilent ICP-MS MassHunter를 사용한 2가 전하 이온 간섭의 보정 간소화"

2. 최신 ICP-MS를 사용하면 마지막 두 가지 기준을 고려하지 않아도 됩니다. ISTD 원소에 의해 발생하거나 ISTD 원소에서 발생하는 동중원소 이온 중첩은 He 셀 모드를 사용해 제거해야 합니다.

질량이 매우 비슷한 ISTD가 질량 기반 신호 드리프트 보정에서 더 나은 결과를 제공하고, 이온화 전위가 비슷하게 일치할 때 이온화 억제 보정에서 더 나은 결과를 제공합니다. 이러한 요소의 상대적인 중요성은 시료 유형 및 튜닝, 특히, 플라즈마 견고성에 따라 달라집니다. 견고한 플라즈마는 신호 드리프트와 억제를 모두 감소시키기 때문에 비슷한 ISTD 원소의 사용 필요성이 감소합니다.

ISTD 및 분석물질-ISTD 일치가 정의되면 일반적으로 분석법에 포함되고 차후 분석을 위한 시료 배치 템플릿에 기록될 수 있습니다.

'동중원소 간섭 제어를 위한 헬륨 모드 사용'에서 논의한 것처럼 He 충돌 모드에 최적화된 충돌/반응 셀과 함께 ICP-MS를 사용하면 ISTD로 인해 발생하거나 ISTD에서 발생하는 간섭을 포함해 대부분의 동중원소 간섭을 해결할 수 있습니다. 견고한(낮은 Ceo) 조건에서 플라즈마를 사용하면 동중원소 이온 형성이 감소합니다. 분석법 개발의 일환으로 이러한 두 가지 접근법을 사용하면 신뢰할 수 있는 내부 표준물질 원소 선택시 더 많은 옵션을 선택할 수 있습니다.

화학적 안정성을 개선하는 간단한 방법

수년 동안 ICP-MS 분석을 위한 시료 전처리에서 주로 HNO_3를 사용해 왔습니다. HNO_3만 사용하면 H_2SO_4 및 HCl와 같은 다른 산을 사용했을 때 발생하는 동중원소 간섭을 피할 수 있습니다. 하지만, HCl를 사용하지 않으면 여러 가지 요인과 관련해 다양한 문제가 발생합니다.

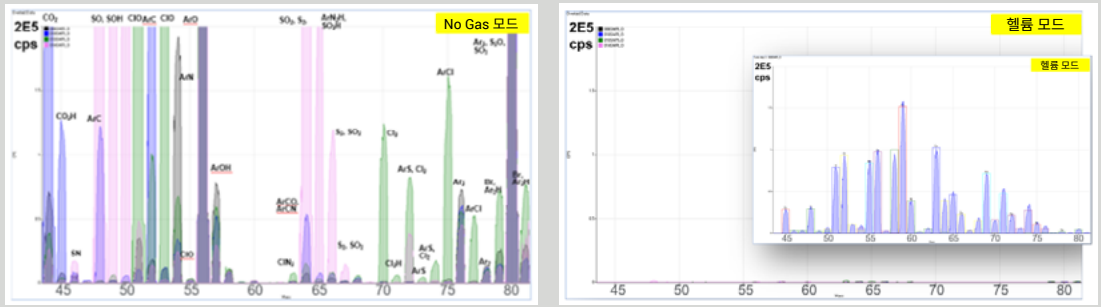
- 전처리(예: 토양 추출물의 Sn) 과정에서의 추출 효율성 저하
- 많은 원소(Hg, Sn, Mo, W, Ag, As, Se, PGM, REE)의 안정성 저하
- 함께 존재하는 이온/리간드 부족으로 인해 표준 용액에 포함된 많은 원소의 직선성 및 안정성 저하
- 세척 속도(안정화) 및 세척 특성 감소

ICP-MS를 헬륨 충돌 모드에서 사용하면 Cl 기반 동중원소 이온이 감소하기 때문에 시료 및 표준물질에 HCl를 일상적으로 추가할 수 있습니다(최소 0.5%). 이를 통해 위에서 나열한 문제들을 극복하고, 시료 전처리 및 분석법 개발을 간소화할 수 있습니다.

충돌/반응 모드를 사용해 동중원소 중첩 해결

ICP-MS의 가장 큰 장점 중 하나는 간단한 스펙트럼입니다. 자연적으로 발생하는 모든 원소(In 제외)는 다른 원소에 의한 직접적인 중첩에서 자유로운 하나 이상의 동위원소(질량)를 가지고 있습니다. 이러한 "자유로운" 동위원소는 항상 양이 가장 많은 원소가 아니어도 ICP-MS 분석에서 선호하는 동위원소로 정의되는 경우가 많습니다. 현실에서는 ICP-MS 분석에 영향을 미치는 대부분의 스펙트럼 간섭이 동중원소(분자) 이온 중첩으로 인해 발생합니다.

분석자는 상당수의 일반적인 동중원소 중첩이 시료 매트릭스에서 형성되기 때문에 간섭이 시료 유형에 따라 달라지고 예측하기 힘들다는 사실을 인식해야 합니다. 하지만, 현재 ICP-MS 기기는 헬륨 충돌 모드의 충돌/반응 셀을 사용해 동중원소 이온 중첩을 처리할 수 있습니다. 일반적인 동중원소 이온에 He 모드가 미치는 영향은 아래에서 설명합니다.



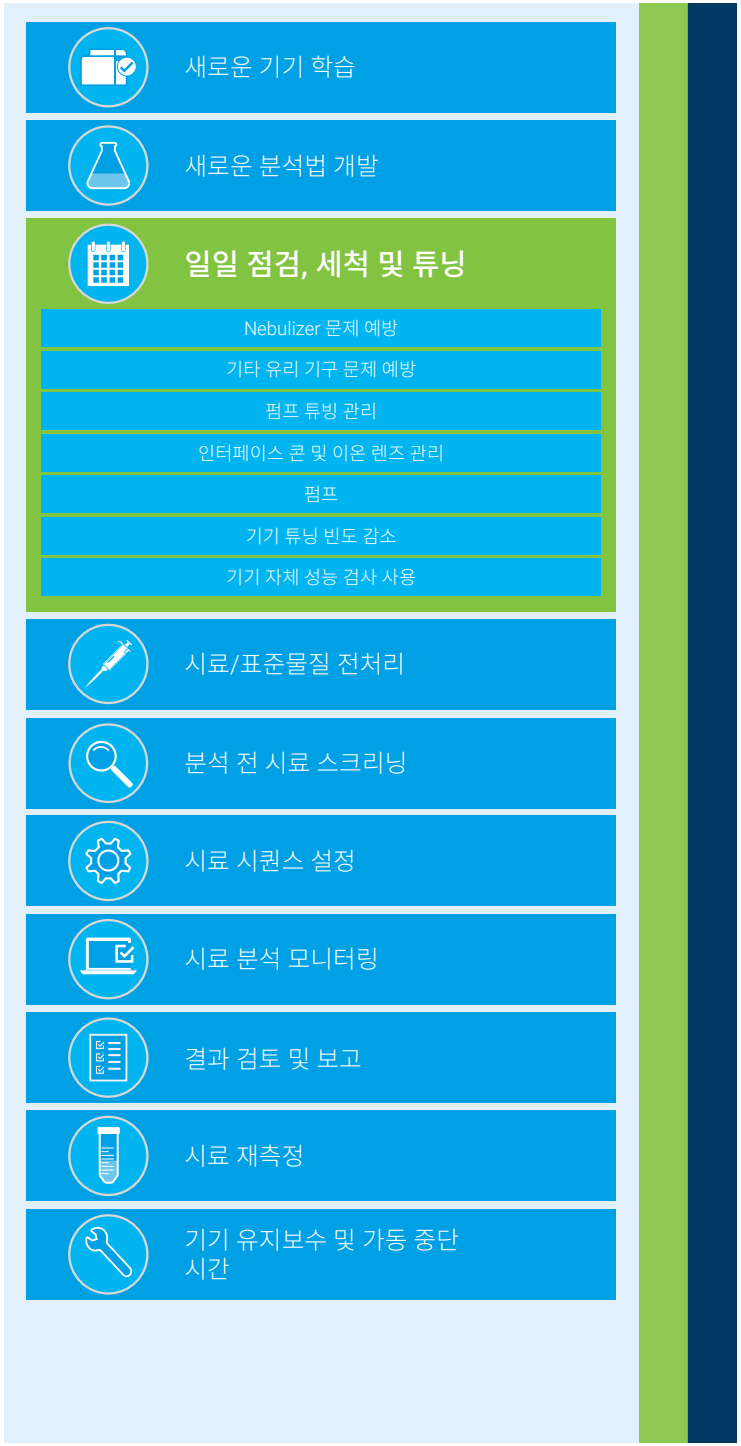
이러한 스펙트럼은 몇 가지 일반적인 매트릭스 성분에서 형성된 백그라운드 동중원소 이온을 보여주며, 색상 코딩을 사용해 표시했습니다. HNO3(회색), HCl(녹색), H2SO4(분홍색), 및 isopropyl alcohol(파란색). 왼쪽의 스펙트럼은 No Gas 모드에서 강력한 매트릭스 기반 동중원소 이온이 존재함을 보여주고, 오른쪽의 스펙트럼은 헬륨(He) 충돌 모드에서 측정한 동일한 시료를 보여줍니다. He 모드에서 모든 동중원소 간섭이 무시할 수 있는 정도로 감소해 간섭 없이 분석을 수행할 수 있습니다. 삽입된 스펙트럼은 첫 번째 줄 전이 원소가 10ppb일 때 스파이킹된 동일한 매트릭스 혼합물을 보여주며, 이 또한 He 모드에서 측정했습니다. 모든 분석물질에서 높은 감도가 유지되었고, 모든 동위원소가 이론상 존재비 템플릿과 일치합니다.

일일 점검, 세척 및 튜닝

타임 트랩

약 10%의 서비스 요청[3]은 일상적인 세척을 하지 않아 발생합니다. 일부 실험실의 경우, 정기적인 유지보수 일정을 개선하는 것만으로도 서비스 엔지니어가 도착할 때까지 불필요하게 기다리는 시간을 줄이는 데 도움이 됩니다. 정기적인 ICP-MS 세척 및 유지보수와 관련해 분석자가 고려해야 하는 6가지 영역은 다음과 같습니다.

1. 시료 프로브 및 시료 흡수 튜브
2. 연동 펌프 튜브 및 펌프 클램프 장력
3. Nebulizer, 스프레이 챔버, 이송 튜브 및 플라즈마 토치
4. 인터페이스 콘
5. 이온 렌즈
6. 진공 펌프 오일 및 공기 필터



3. 애질런트 서비스는 서비스 요청 데이터를 기반으로 합니다.

목차로 돌아가기

솔루션

Nebulizer 문제 예방

Nebulizer가 부분적으로 막히면 감도 및 정밀도 하락과 신호 드리프트 문제가 발생합니다. ICP-MS 시스템에서 일반적으로 사용되는 micro-flow nebulizer는 부유물(입자물질)에 취약합니다.

Nebulizer 막힘을 방지하려면:

- 분석 전에 시료가 분해 또는 여과되었거나 부유물이 없는지 확인하세요.
- 플라즈마를 끄기 전에 시약 바탕용액을 사용해 10분 이상 헹구세요(기기 소프트웨어에서 구성 가능).
- 보풀이 없는 천을 사용하세요.
- Nebulizer 세척 도구를 사용해 적절한 세제로 nebulizer를 백플러시하세요. 이를 통해 축적된 입자가 제거되며 nebulizer 팁을 꼼꼼하게 세척할 수 있습니다. 부품 번호 G3266-80020을 사용해 애질런트에서 구매할 수 있습니다.

기타 유리 기구 문제 예방(스프레이 챔버, 이송 튜브 및 토치)

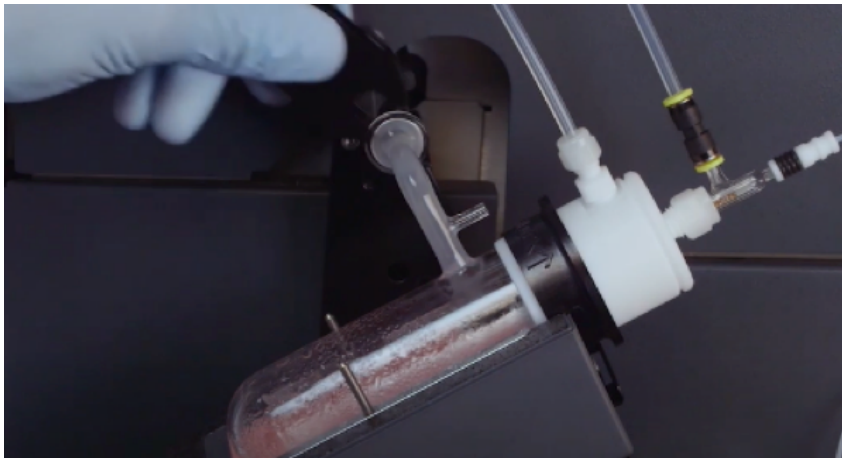
스프레이 챔버가 오염되면 정밀도가 떨어집니다. 단기 정밀도는 분석 전 및/또는 후에 예정된 성능 검사를 진행하거나 시료당 반복 주입에 대한 %RSD를 검토함으로써 모니터링할 수 있고 중기 정밀도는 QC 용액을 사용해 모니터링할 수 있습니다. 이는 문제를 예방하는 것보다는 문제가 발생했음을 나타냅니다.

스프레이 챔버가 더럽거나 오염되면 배수가 불량해지고 플라즈마까지의 에어로졸 흡입이 일정하지 않게 됩니다. 스프레이 챔버 내부에서 용액이 어떻게 흘러가는지를 통해 이 문제를 확인할 수 있습니다. 액체가 균일한 필름을 형성하면서 스프레이 챔버를 흘러가야 합니다. 필름 대신 액체 방울이 형성되면 스프레이 챔버가 오염된 것입니다.

오일과 같은 많은 유기 물질을 함유하는 시료는 특히 스프레이 챔버 오염을 일으키는 주요 원인입니다. 유기물 함량이 높은 시료를 분석하는 경우 스프레이 챔버 배수가 일정하지 않게 되면서 세척 기능이 떨어집니다. 분석이 끝날 때 깨끗한 세척 용액을 몇 분 동안 흘려보내 스프레이 챔버를 씻어냅니다. 일부 실험실은 높은 함량의 유기 물질 또는 고염 매트릭스를 함유하는 시료에 사용하기 위해 시료 주입구를 별도로 보관합니다. 별도의 시료 주입구를 필요에 따라 설치 및 사용하여 시료 주입 시스템의 수명을 연장시키면 더 많은 시료를 분석할 수 있습니다.

스프레이 챔버의 유형에 따라 세척 특성이 다르지만, 이를 개별적인 문제로 생각해서는 안 됩니다. 사이클론 스프레이 챔버[4]의 짧은 경로 길이와 큰 액체 방울의 크기 범위는 스프레이 챔버를 통과하는 용액이 더 많음을 의미합니다. 이를 통해 세척 효과를 개선할 수 있지만, 플라즈마에 형성되는 산화 수준과 매트릭스 로딩이 증가합니다. 이로 인해 플라즈마의 견고성이 하락하고, 매트릭스 분해 성능이 떨어지며, 간섭이 높아질 뿐만 아니라 이온화 수준이 낮아져 세척 효과가 떨어집니다.

일상적인 유지보수에 유리 기구 세척을 포함하세요. 가능한 매일 분석을 시작하고 끝낼 때 기기 성능 테스트를 실행하는 것이 좋습니다. 이를 통해 시스템 성능을 쉽게 모니터링할 수 있기 때문에 ICP-MS가 제조업체 사양에 부합하는지 확인할 수 있습니다.



스프레이 챔버 내부에 과도하게 많은 액체 방울이 형성되는 것은 스프레이 챔버를 세척해야 한다는 신호 중 하나입니다.

4. Agilent ICP-MS 기기에는 사이클론 스프레이 챔버가 필요하지 않습니다.

분석자가 유지보수 일정을 관리하는 데 도움을 주기 위한 Agilent ICP-MS 소프트웨어의 유지보수 사전점검 피드백(EMF) 기능을 사용해 스프레이 챔버 세척과 같은 일상적인 유지보수 작업을 수행할 것을 알려주는 경고를 설정할 수 있습니다. 오일, 식품 시료 또는 기타 고 매트릭스 시료를 분석하는 경우 EMF 타이머를 조정해 특정 시료 유형에 필요한 유지보수 간격에 맞게 EMF 타이머를 조정할 수 있습니다. 이와 마찬가지로 더 깨끗한 시료를 분석하는 경우 타이머를 설정해 간격을 늘릴 수 있기 때문에 유지보수를 수행하느라 시간을 낭비할 필요가 없습니다.

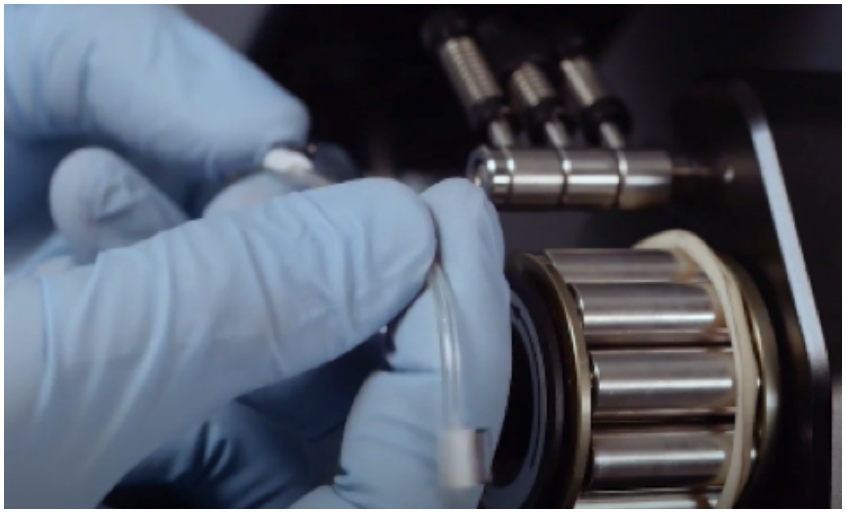
펌프 튜빙 관리

많은 실험실에서 펌프 튜브 마모 문제는 제대로 다루어지고 있지 않습니다. 분석자가 마모된 튜브가 데이터 품질에 미치는 영향을 깨닫지 못한 채 그대로 사용하는 경우가 많습니다. 필요할 때 교체하지 않은 펌프 튜브는 신호 불안정성, 드리프트, 부정확성을 야기할 뿐만 아니라 세척 속도 감소 및 분석물질 캐리오버와 같은 화학적 안정성 문제를 유발할 수도 있습니다. 마모된 튜브 교체는 간단하고 저렴한 유지보수 작업이지만, 펌프 튜브를 필요 이상으로 자주 교체하면 소모품 비용이 증가하고 시간이 낭비됩니다.

연결부 누출, 잘못된 장력 및 기포는 흡수 및 펌프 튜브 유지보수가 제대로 이루어지지 않았을 때 발생할 수 있는 문제입니다. 압박감을 받는 분석자는 시료 분석을 시작하기 전에 연동 펌프 튜브를 다시 조이는 것을 잊거나 배수 펌프 튜브를 잘못된 방향으로 설치할 수도 있습니다.

마모되거나 누출되거나 또는 잘못 조정된 연동 펌프 튜브는 마모된 튜브의 펌핑 효율성이 사용에 따라 변화하기 때문에 분석 중에 드리프트가 발생하고 감도가 떨어질 수 있습니다. 정밀도와 드리프트 모두 QC 용액을 통해 모니터링할 수 있지만, QC 용액이 30 ~ 40분 간격으로 떨어져 있는 경우가 많기 때문에 QC 용액에 오류가 있어 오류를 정정하는 데 많은 시간이 낭비될 수 있습니다. 특히 마지막 유효 QC 이후 측정했던 시료를 다시 측정해야 한다면 말입니다.

정기적으로 유지보수를 수행하면 연동 펌프의 튜브 문제가 방지됩니다. 매일 일과를 시작할 때, 또는 특정한 수의 시료를 분석한 다음에 튜브의 탄성, 원형, 연결부 및 장력을 확인하는 것이 중요합니다. 튜브의 상태가 의심스러운 경우에는 교체하세요. 정기 점검을 수행하면 펌프 튜브 문제로 인해 시료를 다시 측정해야 하는 부담을 줄일 수 있습니다. 사용 전에 새 튜브를 미리 길들이는 것도 좋은 방법입니다. 새 튜브를 설치할 때 펌프 롤러 위로 튜브가 고르게 당겨져 있는지



마모, 변색, 유연성 및 견고성 측면에서 연동 펌프 튜브를 정기적으로 점검하면 펄스 효과 없이 일관된 양의 시료가 nebulizer에 원활하게 공급되도록 하는 데 도움을 줄 수 있습니다.

확인하고 튜브를 과도하게 조이지 마세요. 튜브의 압력을 조정해 시료가 고르게 흐르도록 하고, 새 튜브에 몇 분 동안 블랭크 용액을 흘려 보내 표면 내부를 세척하고 컨디셔닝하세요.

대부분의 기기에는 기기가 유휴 상태에 있을 때(예: 야간 무인 분석 완료 후) 매우 낮은 속도에서 펌프를 회전시킬 수 있는 기능이 있습니다. 이 기능을 사용해 튜빙이 펌프 롤러 위에 올려져 있을 때 평평한 부분이 생기는 것을 막을 수 있습니다. ICP-MS를 계속해서 사용하지 않을 때 이 기능을 활용하세요.

Agilent 7850 ICP-MS의 유지보수 사전점검 피드백 기능을 사용해 분석자에게 튜브 유지보수 작업을 수행할 것을 알릴 수 있습니다. 예를 들어, EMF 경고를 설정해 분석자가 시간 기반 또는 시료 기반 주기로 펌프 튜브를 확인 또는 변경하도록 알릴 수 있습니다. 시료 매트릭스의 유형에 따라 알맞은 경고 카운터 값을 설정할 수 있습니다. 희석된 질산/염산 용액을 분석하는 경우 2,000 ~ 3,000개의 시료를 분석한 후에 경고가 표시되도록 카운터를 설정할 수 있습니다. 농도가 더 높은 산을 사용하는 경우 더 낮은 수, 이를테면, 매 1000개의 시료 분석 후에 경고가 표시되도록 카운터를 설정해야 합니다.

일반적이지 않은 시료 유형의 경우 사용하는 펌프 튜브의 유형을 고려해야 합니다. 시료 흡수 튜브가 시료 매트릭스에 대해 내화학성을 갖추고 있어야 하기 때문에 유기 용매 및 수용액에는 다른 유형의 펌프 튜브가 필요합니다. 대부분의 수용액 및 산성 매트릭스에는 PVC가 좋지만 대부분의 유기 용매와 함께 사용하기에는 적합하지 않습니다. PVC는 많은 유기 용매에 노출되면 빠르게 분해되기 때문에 적절하게 펌핑이 이루어지지 않으면 완전히 고장 날 수 있습니다. 유기 용매를 분석하는 많은 실험실에서는 펌프 튜브를 전혀 사용하지 않고, 자동 흡입을 통해 시료를 nebulizer에 전달합니다. 정기적으로 튜브의 탄성을 확인하는 것은 쉬운 모니터링 작업입니다. 튜브가 훼손되면 딱딱해지고 늘어나며 탄성을 잃습니다.

기기를 사용해 시료 무인 분석을 수행하지 않는 경우 일과를 마무리할 때 세척 용액으로 기기를 헹구고 튜브 분리 및 펌프 튜브 연결 해제(튜브가 펌프 롤러 너머로 당겨지지 않도록)를 수행하는 것이 좋습니다. 이러한 조치를 통해 펌프 튜브의 수명을 연장할 수 있습니다. 시료 매트릭스가 밤새 튜브에 남아 있게 되면 시료가 튜브로 침출되어 다음 분석의 첫 번째 시료를 오염시키고 튜브 훼손 속도를 가속화합니다.

일반적으로 마모된 펌프 튜브는 %RSD 상승의 원인이 될 뿐만 아니라 세척 기능 하락과 화학적 백그라운드의 원인이 됩니다. 측정 신호의 RSD 증가에는 여러 가지 원인이 있을 수 있지만, ICP-MS는 사용자 설정 RSD 한계를 초과하는 결과를 표시해 잠재적인 문제에 대한 경고를 제공할 수 있습니다. 이러한 표시는 예를 들면, Agilent 7850의 결과 표에 OCF(outlier conditional formatting)를 사용해 표시됩니다. 경보가 표시되면 많은 시료가 완료되기 전에 문제를 해결할 수 있으며, 기존의 펌프 튜브를 교체한 후 다시 측정해야 하는 문제가 없어집니다.

인터페이스 콘 및 이온 렌즈 관리

인터페이스 콘의 매트릭스 증착과 더러운 이온 렌즈로 인해 감도 하락, 장기적인 정밀도 하락, 백그라운드 상승 등의 문제가 발생할 수 있습니다.

감도 하락과 백그라운드 증가는 대부분의 실험실에서 매일 실행하는 일상적인 기기 성능 검사에서 드러납니다. 성능 결과에 문제가 있는 것으로 표시되면 콘을 신속하게 육안으로 검사할 수 있습니다. 콘 표면을 자세히 확인하기 위해 확대경을 사용하는 것이 좋습니다. 팁의 매트릭스 축적 상태와 오리피스가 손상되거나 커졌는지 확인하세요.

고 매트릭스 시료를 분석하는 경우 인터페이스 콘의 매트릭스 증착이 더 빠르게 발생합니다. 고 매트릭스 시료에 더 견고한(더 낮은 CeO/Ce 비율) 플라즈마 조건을 사용하는 이유 중 하나는 가능한 완전히 매트릭스가 분해되도록 하는 것입니다. 고매질 일상 분석의 경우 500~1000개 시료 분석 후 콘을 확인할 것을 권고하며, 침적물이 확인되는 경우 콘을 분리해 물에 담궈 초음파 세척하세요. 콘을 건조하고 기기에 재설치하세요. 깨끗한 콘을 컨디셔닝하면 다음 분석 때 안정성을 보장할 수 있습니다. 콘을 세척하거나 새로운 콘을 장착한 후에 광천수 또는 EPA ICS를 포함해 매트릭스 표준물질과 같은 시료 매트릭스를 10~15분 동안 흡입해 다시 컨디셔닝하는 것이 유익합니다.

다양한 시료 유형을 측정하는 경우 (첫 번째 시료 유형의 주원소가 다음 시료의 극미량 원소인 경우) 콘을 세척하는 것이 좋습니다. 시료 유형이 호환되지 않는 일부 경우에 별도의 전용 콘 세트를 사용하는 것이 좋습니다. 이러한 권고 사항은 시료 주입 시스템의 다른 부품에도 적용됩니다.

펌프

펌프 오일과 오일 미스트 필터 교체 빈도는 일반적으로 측정하는 시료 유형에 따라 달라집니다. 고 매트릭스 시료를 분석하거나 시료 매트릭스를 충분히 분해하지 않는 플라즈마 조건을 사용하는 경우 펌프 유지보수 빈도가 증가할 수 있습니다.

기기 튜닝 빈도 감소

고 매트릭스 시료를 분석할 때 기기 재튜닝을 줄이는 간단한 방법은 견고한 (높은 에너지) 플라즈마를 사용하는 것입니다. 플라즈마의 높은 에너지로 매트릭스를 분해하기 때문에 인터페이스 콘에 증착되지 않습니다. 매트릭스가 인터페이스 콘에 증착되면 신호 드리프트가 발생하고, 이 때문에 기기를 재튜닝해야 할 수 있습니다.

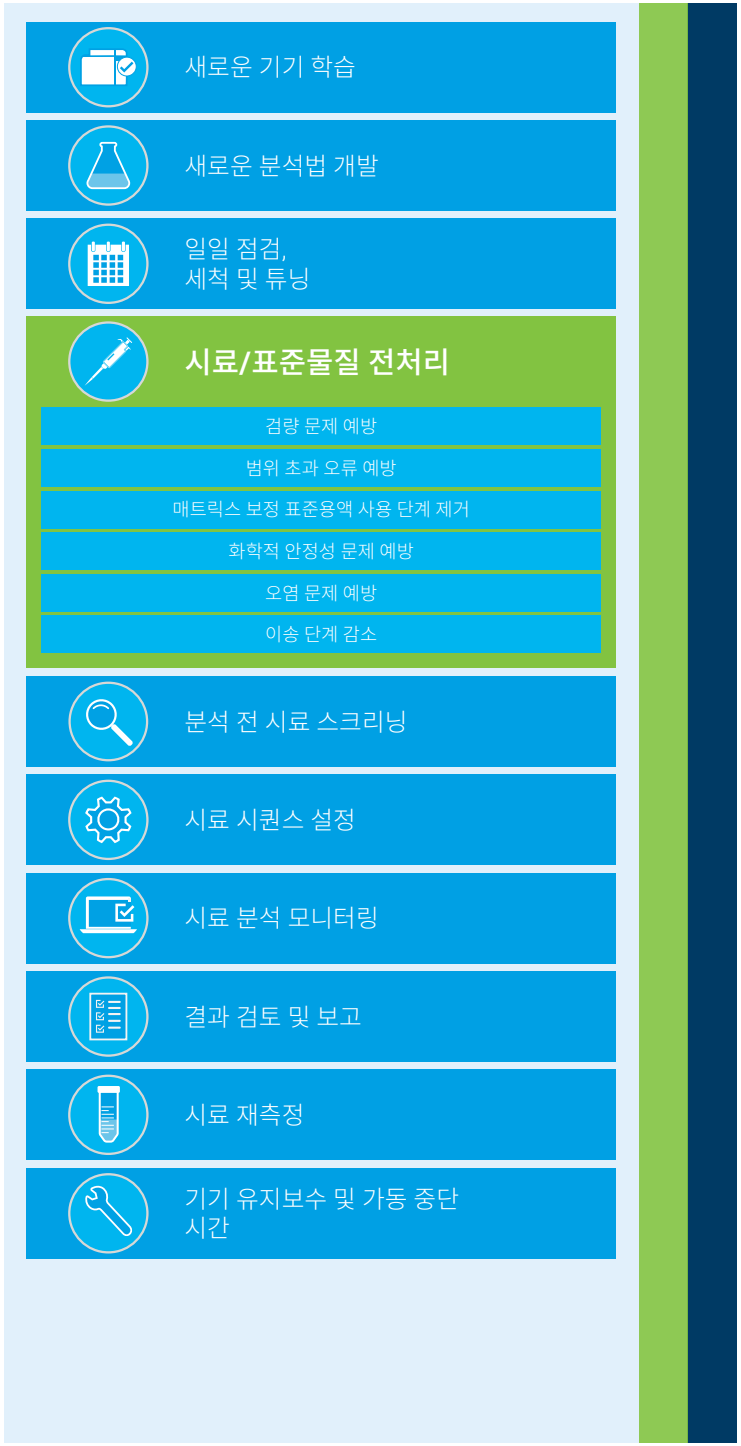
기기 자체 성능 검사 사용

많은 ICP-MS 기기에는 유지보수 작업이 필요한 시기를 알려주는 센서와 카운터가 장착되어 있습니다. '예방점검을 올바르게 수행'을 참조하세요.

시료/표준물질 전처리

타임 트랩

온라인 설문 조사에 따르면, 시료 및 표준물질 전처리는 ICP-MS 분석에서 타임 트랩을 유발하는 가장 큰 문제 중 하나입니다. 분석자들이 여러 가지 희석 농도로 시료를 전처리하고 각 원소의 예상 농도 범위와 일치되는 다양한 검량 농도를 사용해야 하는 경우가 많습니다. 시료 전처리에 많은 시간을 낭비하게 됩니다. 전처리 오류, 매트릭스 농도 평가를 위한 시료 스크리닝, QC 부적합, 검량 범위를 벗어난 결과로 인한 시료 재분석으로 더 많은 업무가 생깁니다.



목차로 돌아가기

솔루션

검량 문제 예방

검량 문제는 분석 오류의 일반적인 원인입니다. 분석자들이 결과가 잘못된 이유를 찾을때 결국 표준물질 전처리 과정에서의 오류와 같은 간단한 실수로 인해 문제가 발생했다는 점을 깨닫게 되는 경우가 많습니다. 검량 범위에서 벗어난 피펫이 문제일 수도 있고, 세척이 제대로 이루어지지 않은 기기의 오염일 수도 있고, 화학적 안정성 문제일 수도 있고, 실수로 원액을 잘못 골랐을 수도 있습니다.

검량 오류를 줄이는 데 있어서는 인위적인 오류를 방지하는 것이 최선입니다. 따라서 실험실에서 이러한 문제를 겪지 않으려면 우수한 교육과 문서화가 함께 이루어져야 합니다.

US EPA와 같은 규제 기관에서는 우수 분석 운영기준을 추진하고 있습니다. 규제 분석법에는 검량 오류 예방 또는 식별을 목적으로 하는 품질 관리(QC)가 포함되어 있습니다. 예를 들어, 환경 시료에 대한 여러 US EPA 분석법에는 초기 검량 검증(ICV) 검사 용액과 연속검량 검증(CCV) 검사가 모두 포함되어 있습니다. 검량 원액을 제외하고 다양한 출처에서 준비되는 이러한 품질 관리 표준물질은 검량 유효성을 독립적으로 확인할 수 있게 해줍니다. 일반적으로 최신 기기는 적절한 QC 검사 및 조치와 함께 이러한 유형의 품질 관리 표준물질을 사전 정의한 분석법 템플릿을 제공하기 때문에 분석법 설정이 간소화됩니다. 이러한 유형의 품질 관리 측정은 규제되지 않은 분석법의 검량 정확성도 확인하는데 사용할 수 있습니다.

직선 측정 범위가 넓은 기기를 사용하면 검량 설정에 사용되는 시간과 노력을 줄이는 데도 도움이 됩니다. 넓은 농도 범위 전반에서 선형적 반응이 나타난다는 것은 다양한 시료 유형에서 다양한 농도의 주원소에 대응하는 맞춤형 검량이 아니라 동일한 하나의 검량 세트를 준비할 수 있음을 의미합니다. 한 가지 시료에서 한 원소의 ppb를 측정한 다음 동일한 검량선으로 다음 시료에서 동일한 원소의 % 농도를 측정할 수 있습니다. 이 기능을 사용하면 각 시료 유형에 따라 각기 다른 검량 세트를 설정하는 것과 비교해 많은 시간을 절약할 수 있습니다.

범위 초과 오류 예방

시료 판독값이 검출기의 범위를 초과하거나 해당 분석물질에 대한 최대 검량 기준을 초과하는 경우 범위 초과 오류가 발생합니다. 플라즈마 및 검출기가 높은 농도 수준을 견딜 수 있는 경우 상한 검량 포인트에 맞는 높은 농도의 표준물질을 전처리하여 범위 초과 오류를 피할 수 있습니다. 10 또는 11 자릿수의 측정 범위를 제공하는 검출기를 사용하는 경우 시료에서 높은 농도를 나타낼 것으로 예상하는 원소에 대해 가장 높은 기준으로 최대 100s(ppm)를 설정할 수 있습니다. 확장된 검량은 시료 분석 결과가 범위를 초과하지 않도록 하는 보험 역할을 합니다. 이러한 범위 초과 오류를 예방함으로써 시료를 희석하고 다시 측정해야하는 타임 트랩을 피할 수 있습니다.

일부 분석자들은 극미량 및 주원소가 검출기 범위 내에 있는지 확인하기 위해 각 시료의 여러 희석액을 일상적으로 준비합니다. 극미량 분석물질 분석을 위해서는 더 낮은 희석 용액을 준비하고, 주원소 측정에는 더 높은 희석 용액을 사용합니다. Agilent 7850은 Ultra High Matrix Introduction(UHMI) 시스템을 사용하여 일반 ICP-MS 시료 유형을 추가로 희석해야 하는 필요성을 실질적으로 없애주는 기기 중 하나입니다. UHMI는 시료 에어로졸이 스프레이 챔버에서 토치를 통과할 때 시료 에어로졸을 희석하기 때문에 많은 시간이 소요되는 수동 희석할 필요가 없기에 기존의 액체 자동 희석기를 구매할 필요가 없어집니다. UHMI를 사용하는 7850은 각 시료를 목표 총 용존 고형물(TDS) 수준까지 희석하지 않고도 최대 25%의 TDS를 함유하는 다양한 시료 매트릭스에 사용할 수 있습니다. 에어로졸 희석 설정을 검량하고 저장함으로써 측정하는 타입이나 시료 유형에 적절하게 선택할 수 있는 다양한 사전 설정된 희석 계수를 제공합니다.

Agilent Ultra High Matrix Introduction 시스템(UHMI)은 총 용존 고형물(TDS)이 최대 25% 함유된 까다로운 시료 매트릭스를 쉽게 처리합니다. UHMI를 사용하면 시료 전처리 시간과 오류가 감소하고, 분석에 보다 장기적인 안정성을 제공할 수 있습니다.

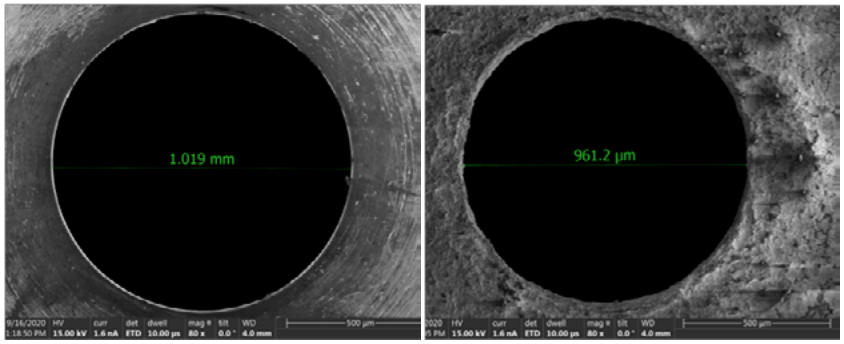
매트릭스 내성이 높은 ICP-MS를 사용하면 시료 전처리에 표준 접근법을 사용할 수 있습니다. 예를 들어, ICP-MS에 대해 기존 ICP-OES 시료 전처리 프로세스를 사용하는 것입니다. 더 많은 시간을 절약해 주는 최적화된 ICP-MS 분석법을 사용해 단 한 번의 분석으로 필요한 농도에서 모든 원소(주원소, 극미량 원소, 수소화물 원소 및 Hg)를 측정할 수 있는 경우도 많습니다. 이를 통해 주원소나 수소화물과 수은을 측정하기 위해 이전에 사용했을 수 있는 다양한 분석 기술에 맞게 시료를 전처리할 필요가 없습니다. 예를 들어, 일부 실험실에서는 AAS 또는 ICP-OES를 사용해 높은 농도의 원소를 측정하고, 극미량 원소에 대해서는 GFAAS 또는 ICP-MS를 사용합니다. ICP-MS에서 분석하는 것이 불가능하다고 종종 간주되는 Hg와 같은 단일 원소에 대해 원자 형광과 같은 별도의 기술을 추가로 사용할 수 있습니다. 한 가지 기술을 사용해 단 한 번의 시료 분석으로 모든 원소 데이터를 확보한다는 것은 시간 절약, 오류 및 오염 감소, 실험실 서비스 간소화, 유틸리티, 소모품 및 직원 교육 감소를 의미합니다.

매트릭스 보정 표준용액단계 제거

ICP-MS로 고 매트릭스 시료를 분석할 때 플라즈마의 에너지가 너무 낮으면 신호 억제가 발생할 수 있습니다. 플라즈마는 매트릭스를 완전히 분해하고 분석 원소를 이온화할 수 있는 충분한 에너지를 가지고 있어야 합니다. 플라즈마 억제로 인해 고 매트릭스 시료의 분석 원소에 대한 신호가 하락하고 그로 인해 측정 농도가 낮아질 수 있습니다.

매트릭스 억제를 해결하는 한 가지 접근법은 검량 표준물질의 매트릭스를 시료의 매트릭스와 일치시키는 것입니다. 분석자가 시료 매트릭스를 사전에 알아야 한다는 점을 포함해 이 접근법에는 여러 가지 문제가 있습니다. 시료 매트릭스를 사전에 아는 것은 식품 또는 환경 시료 혼합 배치를 분석하는 실험실에서는 현실적으로 가능하지 않습니다. 시료의 매트릭스에 검량 표준물질의 매트릭스를 일치시키는 것은 시간이 많이 소요되는 지루한 작업일 뿐만 아니라 분석 전에 시료 스크리닝이 필요할 수도 있습니다. 보다 견고한 플라즈마를 사용하면 매트릭스 매칭을 할 필요가 없습니다. 견고한 플라즈마는 높은 에너지 수준에서 작동하는 플라즈마를 말합니다. 에너지 수준이 높은 플라즈마는 매트릭스를 분해하면서도 매트릭스 농도가 변하더라도 일관된 수준의 분석물질 이온을 생성할 수 있는 에너지를 가지고 있는 것입니다.

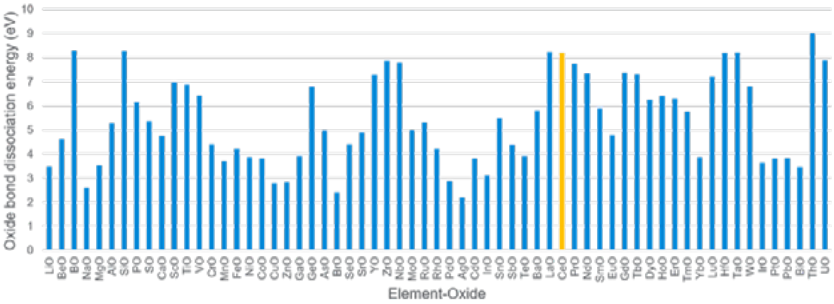
플라즈마 견고성은 장기적인 안정성 및 매트릭스 내성에서도 매우 중요합니다. 플라즈마가 매트릭스를 분해할 충분한 에너지를 가지고 있지 않으면, 일부 매트릭스가 기기의 인터페이스 콘에 증착됩니다. 침적물이 콘 구멍의 모양을 변화시켜 감도를 떨어트리고 신호 드리프트를 증가시킵니다. 이러한 영향은 Al,



ICP-MS 샘플링 콘의 오리피스를 확대해 보여주는 이 이미지들은 고 매트릭스 시료 분석에 따른 영향을 보여줍니다. 오른쪽의 이미지는 시료 분석 후의 콘을 보여주는 것으로 현미경으로 관찰했을 때 매트릭스 침적물로 인해 오리피스의 크기와 모양이 변화했습니다.

Mg, Si 및 Ca의 산화물과 같은 "내화성"(높은 녹는 점) 광물이 높은 수준으로 함유된 시료에서 더 두드러지게 나타납니다.

고 매트릭스 시료 또는 다양한 매트릭스의 시료를 측정하는 경우가 많다면 견고한 플라즈마의 기기를 사용하는 것이 매우 중요합니다. ICP-MS 플라즈마의 견고성은 CeO^+비율을 사용해 모니터링하고, Ce^+와 비교해 CeO^+의 강도를 사용해 측정하는 것이 일반적입니다. CeO^+ 비율(<1.5%)이 낮으면 플라즈마가 강하게 결합된 CeO 분자 이온을 분리할 충분한 에너지를 가지고 있음을 나타냅니다. CeO 비율이 낮은 플라즈마는 매트릭스 및 기타 동중원소 이온 분해 성능이 더 뛰어나기 때문에 간섭이 더 적게 발생하고, 고 매트릭스 시료를 드리프트가 적은 상태로 더 오랫동안 분석할 수 있습니다. 드리프트로 인해 QC가 실패하므로 시료를 재검량 및 재측정을 피할 수 있습니다.



플라즈마가 강력한 Ce-O 결합(노란색으로 표시)을 분리할 정도로 견고한 경우 플라즈마 에너지는 잠재적으로 간섭을 일으키는 산화 이온을 분리할 정도로 충분히 높습니다. 플라즈마 견고성 측정에 CeO^+/Ce^+ 비를 사용하는 이유가 여기에 있습니다.

화학적 안정성 문제 예방

화학적 불안정성으로 인해 세척 속도 감소, 시료 캐리오버, 내부 표준물질 불안정성 및 비선형적인 검량과 같은 분석 문제가 발생할 수 있습니다. 기존의 ICP-MS 분석자들은 화학적 안정성 문제에 자주 직면해야 했습니다. 이는 때때로 호환되지 않는 여러 원소를 분석하는 데 ICP-MS를 사용하고, 분석자들은 스펙트럼 간섭이 발생하는 것을 피하려고 했기 때문입니다.

GFAAS와 같은 기존 기술과 비교해 ICP-MS를 사용하여 측정하는 더 많은 수의 분석물질은 화학적으로 호환되지 않는 원소를 함께 측정하는 경우가 더 많음을 의미합니다. 초기 ICP-MS 사용자들은 시료 분해 및 안정화에 질산만 사용하는 것으로 타협했습니다. 질산(HNO_3)은 ICP-MS에서 스펙트럼 간섭에 추가로 영향을 미치지 않습니다. H. N 및 O가 이미 시료 내 물과 플라즈마 주변의 공기에 포함되었기 때문입니다. 염산(HCl) 또는 유황(H_2SO_4)과 같은 다른 산도 사용하지 않았는데, 높은 수준의 Cl 및 S가 ICP-MS 스펙트럼에서 수많은 동중원소 이온 중첩을 유발했기 때문입니다.

하지만, 많은 원소가 질산에서 용해되지 않거나 안정적이지 않기 때문에 HCl를 사용하지 않으면 다른 문제가 발생했습니다. 현재 Agilent ICP-MS 기기는 시료/분석물질의 안정성을 위해 일상적으로 HCl를 추가할 수 있습니다. 표준 헬륨 모드 충돌/반응 셀을 사용해 Cl 기반 동중원소 간섭을 효과적으로 처리할 수 있기 때문입니다. 사실 Agilent 7850의 헬륨 모드는 일반적인 ICP-MS 응용 분야에서 확인되는 모든 일반적인 매트릭스 기반 간섭을 효과적이고 안정적으로 제어합니다. 현재 US EPA Method 200.8에서는 먹는 물을 측정할 때 헬륨 모드 사용을 허용하지 않습니다. 지하수 및 폐수와 같은 다른 물 종류를 측정하는 경우에는 허용됩니다. 먹는 물은 상대적으로 간단한 매트릭스이기 때문에 측정할 때 헬륨 모드로 제거하는 동중원소 간섭의 영향이 적습니다.

ICP-MS 분석을 위해 HCl를 시료에 일상적으로 추가하는 것이 대부분의 화학적 안정성 문제를 해결하고 정확한 결과를 얻을 수 있는 빠르고 쉬운 방법입니다. HCl를 추가하면 세척 문제 및 수은 분석과 관련된 안정성 문제도 해결할 수 있습니다. 별도의 시료를 준비하거나 별도의 기술을 사용해 Hg를 분석할 필요가 없기 때문에 전체적인 워크플로가 훨씬 더 간단해 집니다.

오염 문제 예방

잘못된 실험실 관행은 모든 분석 기술에 오염 문제를 야기시킬 수 있지만, 오염은 ICP-MS의 극미량 분석에서 더욱 뚜렷하게 나타납니다. ICP-MS를 사용하기 전에 또 다른 원자 분광기 기술을 사용한 경우, 말하자면 AAS 또는 ICP-OES와 ICP-MS 간의 측정 감도 차이가 상당하다는 점을 알고 있어야 합니다. 불꽃 AAS 또는 흑연로(GF) AAS와 같은 단일 원소 기술에서 다원소 ICP-MS 분석법으로 분석법을 마이그레이션할 때도 비슷한 고려 사항이 적용됩니다. 단일 원소 표준물질은 대상 원소 농도에 대해서만 검증을 받으면 되지만, 다원소(ICP) 분석 표준물질은 다른 원소의 영향을 받지 않는다는 점을 검증받아야 합니다. ICP-MS 분석을 위해 여러 AAS 표준물질을 혼합하는 경우, 다양한 단일 원소 표준물질내 오염물질로 존재하는 다른 원소로 인해 오류가 발생할 수 있습니다.

일관되게 검출 한계를 낮게 유지하려면 헹굼, 피펫 사용, 물 시스템 및 산/시약 품질에 대한 접근법을 조정해야 합니다. 예를 들어, 마이크로웨이브 용기에서 산 분해를 수행할 수 있습니다. 만약 앞서 시료를 사용 후 마이크로웨이브 용기를 철저하게 세척하지 않으면 캐리오버가 발생해 다음 시료를 오염시키고 이로 인해 결과가 부정확할 수 있습니다.

여기에 표시된 Agilent SPS 4와 같은 많은 자동 시료 주입기는 커버가 함께 장착되어 있어 시료가 실험실 내 오염원에 노출되는 것을 줄일 수 있습니다.

각 시료 배치에 전처리 블랭크를 포함시켜 불충분한 세척으로 인한 오염 검출을 피할 수 있습니다. 전처리 블랭크는 시료와 동일한 시료 전처리 과정을 거친 블랭크 용액입니다. 전처리 블랭크에 대한 QC 임계값을 설정하는 방식으로 분석 중에 오염이 감지되면 해당 오염에 플래그가 지정됩니다.

오염 수준은 분석 기술의 능력이 아니라 필요한 보고 한계에 상대적인 것으로 간주해야 합니다. ICP-MS를 사용해 ng/L(ppt) 수준에서 대부분의 원소를 측정할 수 있습니다. 하지만, 일반적인 많은 응용 분야에서처럼 ppb 수준 이상에서 분석물질을 측정하고 보고하는 경우 ppt 수준 오염이 관련이 없거나 중요하지 않습니다.

오염은 ICP-MS 시료 주입 시스템에도 영향을 미치기 때문에 앞서 분석한 시료에서 신호 캐리오버가 발생할 수 있습니다. 시료 배치에 포함된 하나 이상의 시료에서 분석물질의 농도가 비정상적으로 높으면 다음 시료에 오염이 발생할 수 있습니다. 이러한 캐리오버 영향은 특히 수은, 붕소, 몰리브데넘, 텅스텐 및 탈륨과 같이 흡착성이 높거나 "끈적거리는" 원소에서 뚜렷하게 나타납니다. 이러한 원소는 시료 주입 시스템의 표면에 달라붙어 다음 시료 결과에 오류를 일으킵니다. 시료와 표준물질에 최적화된 혼합산을 사용하면 (예를 들어, 일반적인 질산뿐만 아니라 0.5%의 염산 포함) 캐리오버를 줄이는 데 도움이 됩니다. 이와 마찬가지로 자동 시료 주입기 프로브를 일반 헹굼 용액과 산 헹굼 용액을 사용해 차례대로 세척하는 다단계 헹굼 프로그램이 시료 주입 시스템에서 끈적거리는 원소를 씻어내는 데 도움을 줄 수 있습니다.

헹굼 사이클 동안 신호를 모니터링하는 자동화된 헹굼 기능은 캐리오버를 예방하는 데 도움이 됩니다. Agilent 7850 기기에는 선택한 원소에 대한 신호가 설정한 임계값 이하로 떨어질 때까지 자동으로 세척 용액을 펌핑하는 Intelligent Rinse 기능이 포함되어 있습니다. 스위칭 밸브를 사용하면 시료 주입 시스템이 시료 매트릭스에 노출되는 것을 최소화해 시료의 오염 감소에 도움을 줄 수 있습니다.

미지 시료 또는 색깔이 이상하거나 냄새가 이상한 시료의 경우 반정량 수집을 수행하는 것이 좋습니다. 이를 통해 시료에 어떤 원소가 함유되어 있는지, 대략적인 농도는 얼마인지를 확인할 수 있습니다. Agilent 7850에는 미지 시료 배치에 포함된 각 시료에 Quick Scan 반정량 분석을 수행하는 IntelliQuant라고 불리는 기능이 있으며, 이 기능을 수행하면 일반 분석 시간보다 2초가 늘어납니다. IntelliQuant 데이터를 사용하여 유사한 시료의 후속 배치에 대해 기기 설정 또는 시료 전처리를 추가로 최적화해야 하는지 여부를 평가할 수 있습니다

피펫 대신 산 디스펜서를 사용해 오염 위험을 줄입니다.

우수 실험실 운영기준은 실험실 환경으로 인한 오염 위험을 줄이는 데도 도움이 됩니다. '클린 벤치'에서 모든 시료를 전처리하고 핸들링하여 부유먼지로 인한 시료 오염을 예방하세요. 일반적으로 클린 벤치는 HEPA 여과 시스템이 장착된 흄 후드(fume hood) 벤치를 말합니다. 각 단계가 또 다른 오염 원인을 제공하기 때문에 수행하는 시료 처리 단계(예: 희석)를 줄이는 것을 목표로 합니다.

먼지/입자를 발생시키는 모든 작업을 줄이는 것이 매우 중요합니다. 예를 들어, 비분말성 니트릴 장갑을 사용하거나 실험실에서 먼지를 발생시키는 기기(예: 프린터 및 수냉각기)를 제거합니다.

오염 위험을 줄이기 위해 고려해야 하는 몇 가지 핵심적인 사항이 있습니다.

- 시료 용액과 접촉하는 시약 및 실험실 기기는 오염을 유발할 수 있습니다. 바이알 및 피펫 팁은 금속과 접촉하지 않아야 합니다(예: 유색 피펫 또는 바이알 뚜껑).
- 수용성 또는 산 시료 극미량 원소 분석에는 유리초자를 사용하지 마십시오. 유리에는 용액으로 추출되어 용액을 오염시키는 많은 원소가 높은 수준으로 함유되어 있습니다.
- 시료 안정화 또는 희석에 사용되는 초순수(UPW) 및 산의 품질도 매우 중요합니다. 초순수 산 및 기타 시약과 함께 최종 품질이 >18MΩ.cm 이상인 실험실 증류장치를 사용할 것을 권장합니다.
- 동일한 산을 많은 수의 시료에 추가할 때 피펫 대신 병뚜껑 산 디스펜서를 사용하세요.
- AAS 표준물질이 아니라 ICP-MS 표준물질을 사용하는지 확인해 주세요. ICP-MS 표준물질은 더 낮은 수준의 오염물질에 대해 검증을 받았기 때문에 표준물질 용액에 다른 원소를 포함할 필요가 없습니다.
- 원래의 표준물질이나 산 용기에 바로 피펫을 사용하지 마세요. 깨끗한 플라스틱 컵에 옮기세요. 사용하지 않은 용액을 원래의 용기로 다시 넣지 마세요.
- 표준물질 용액을 올바르게 보관하고 유효기간이 지난 용액은 폐기하세요.

이송 단계 감소

시료 전처리를 간소화하고 속도를 높이는 또 다른 방법은 분해, 희석, 여과 및 분석 간에 이동할 때 이송 단계를 줄이는 것입니다.

일부 실험실에서는 자동 시료 주입기에서 사용하는 것과 동일한 튜브에서 시료를 분해합니다. 이러한 실험실에서는 마이크로웨이브 시료 전처리 장비 또는 고온 블록 시료 분해 시스템을 사용해 시료 분해가 진행된 튜브를 자동 시료 주입기 랙으로 바로 전송해 분석합니다. 이를 통해 시료 이송 단계를 없애고, 추가로 사용하는 용기에서 발생할 수 있는 오염 가능성을 줄일 뿐만 아니라 시료가 혼합될 가능성도 줄입니다.

Agilent FilterMate Filtration System을 사용하면 동일한 튜브에서 시료를 분해, 여과 및 분석할 수 있습니다. 고온 블록 분해 시스템과 호환되지만 마이크로웨이브 분해 시스템에서 사용하기에는 적합하지 않습니다.

분석 전 시료 스크리닝

타임 트랩

계약 실험실이나 미지 시료를 분석하는 기타 실험실에서는 분석 전이나 새로운 시료 유형에 대한 분석법을 처음 설정할 때 시료 스크리닝을 원할 수 있습니다. ICP-OES와 같은 다양한 기술을 사용하거나 ICP-MS에서 높은 수준으로 희석된 시료를 분석하는 시료 스크리닝은 새로운 ICP-MS 실험실에서는 한때 일반적이었습니다. 하지만 어떤 경우든 간에 시료를 두 번 분석(배치로부터 대표 시료 스크리닝 또는 최악의 경우에는 모든 시료를 두 번 분석)해서 시간이 많이 소요되는 작업을 거쳐야 했습니다.

ICP-MS 매트릭스 내성, 검출기 측정 범위 및 가장 일반적인 매트릭스 기반 간섭 해결 기능 개선으로 최신 ICP-MS 기기를 사용하는 실험실에서 일상적인 스크리닝이 거의 불필요한 일이 되었습니다. 하지만 일부 ICP-MS 시스템 사용자들은 분석법 설정을 최적화하기 위해 새로운 시료 유형 스크리닝에 아직 의존하고 있습니다. 충돌/반응 셀과 같은 최신 ICP-MS 발전 이전에 규정된 US EPA Method 200.8은 농도가 높은 원소가 함유된 새로운 시료나 특이한 시료를 스크리닝하기 위해 반정량 분석을 수행할 것을 권장합니다. 시료 희석 유도 및 시료 전처리와 관련된 잠재적인 문제나 분석법을 변경해 해결할 수 있는 잠재적인 간섭 출처를 스크리닝으로 파악할 수 있습니다. 스크리닝이 적절하다고 판단되는 경우, 어떻게 실험실이 가장 유용한 정보를 제공하고 실험실 생산성에 미치는 영향은 최소화하도록 보장할 수 있습니까?

목차로 돌아가기

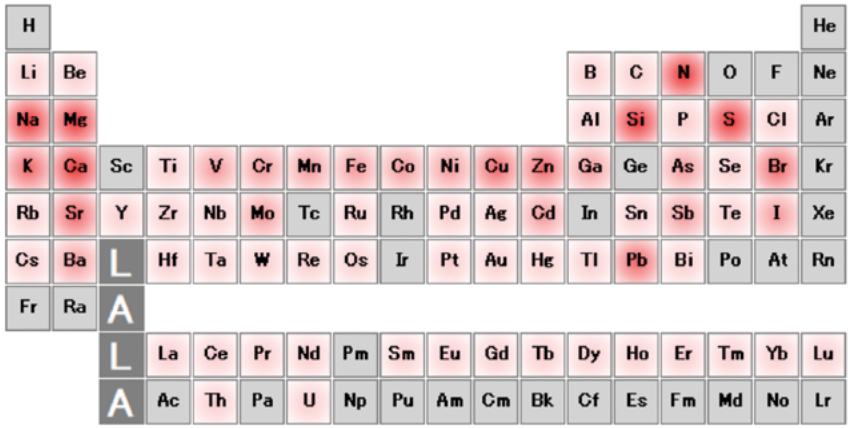
솔루션

기기 및 시료 유형에 따라 스크리닝의 필요성 또는 유용성 평가

ICP-MS가 표준 운영 조건에서 필요한 시료 유형을 처리할 수 있는 경우 사실상 스크리닝을 수행하지 않아도 됩니다. 이는 일반적으로 고 매트릭스 수준을 처리할 수 있을 만큼 강력한 플라즈마 견고성, 주원소를 측정할 수 있는 충분한 측정 범위, 그리고 일반적인 매트릭스 기반 간섭을 제거할 수 있는 신뢰할 수 있는 분석법을 보유하고 있음을 의미합니다. Agilent 7850은 예를 들어, 다양한 에어로졸 희석 기능이 있는 고매질 주입 시스템을 사용하여 매트릭스 내성을 최대 25%의 염까지 확장합니다. 충돌 반응 셀의 헬륨 모드가 시료별 또는 원소별 설정 없이도 가장 일반적인 간섭을 제거합니다(동중원소 간섭 제어를 위한 헬륨 모드 사용을 참조하세요). 마지막으로 기기의 넓은 측정 범위로 한 번의 측정으로 주원소와 부원소를 모두 측정할 수 있기 때문에 각 시료에 서로 다른 두 가지의 희석 시료를 준비할 필요가 없습니다.

시료 스크리닝을 위한 빠른 방법

최적화된 ICP-MS 구성과 분석법을 사용하더라도 실험실에 전혀 알 수 없거나 특이한 시료 유형이 들어오는 경우가 발생합니다. 이러한 경우 고속 스크리닝 기능을 사용하면 부적절한 매트릭스를 실수로 기기에 주입하는 경우 발생할 수 있는 문제를 예방하여 시간을 절약할 수 있습니다. 일부 ICP-MS 기기에는 시료 내 모든 원소의 대략적인 농도를 알려주는 반정량 분석 기능이 포함되어 있습니다. 예를 들어, Agilent ICP-MS 기기에는 IntelliQuant 기능이 포함되어 있습니다. IntelliQuant는 헬륨 모드에서 전체 질량 Quick Scan 획득을 수집하여 시료에 함유된 모든 원소의 농도뿐만 아니라 용존 고형물의 총 농도를 결정합니다. IntelliQuant 반정량 결과는 (아래와 같이) 주기율표에 히트 맵(heat map)으로 표시되기 때문에 각 원소의 상대 농도를 쉽게 시각화하고 배치에 포함된 다양한 시료를 비교할 수 있습니다.



목차로 돌아가기

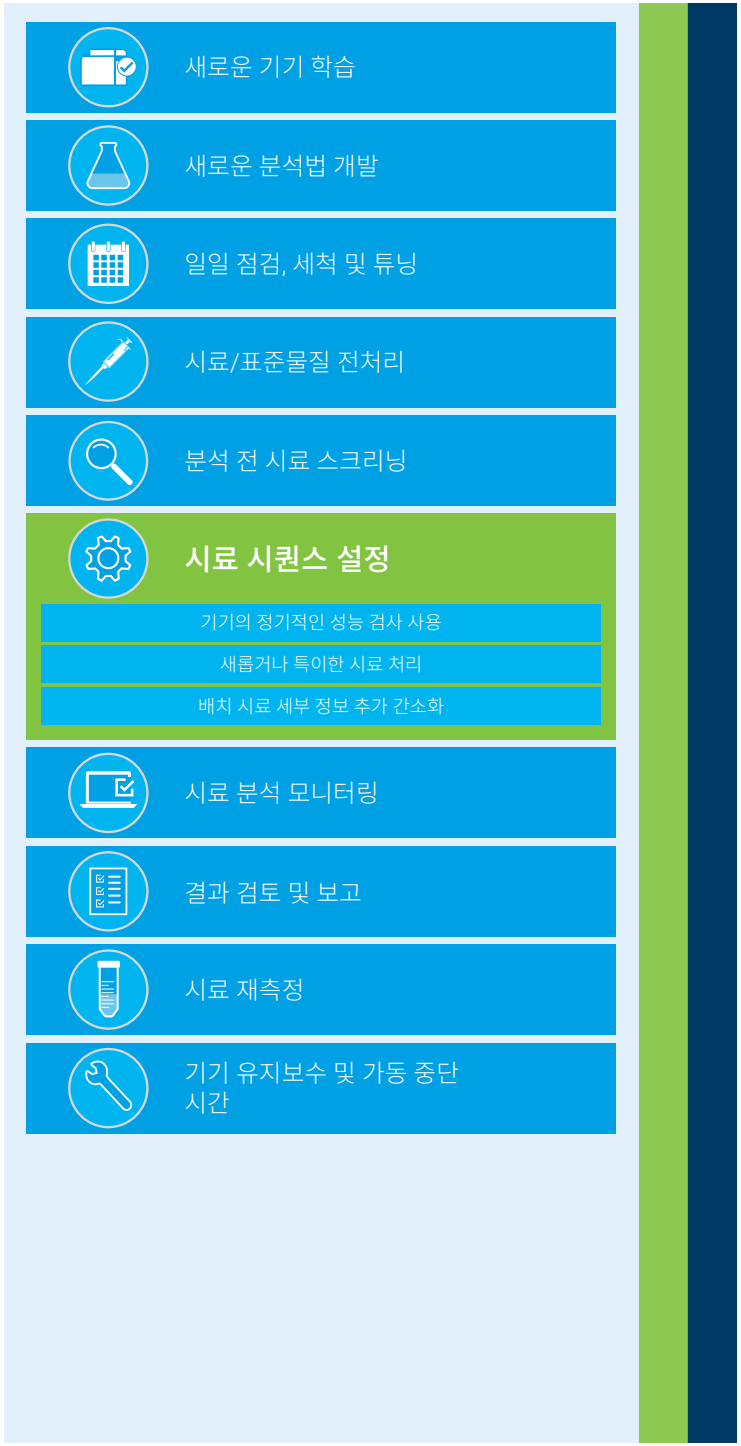
시료 시퀀스 설정

타임 트랩

시료 시퀀스 설정은 다음으로 구성됩니다.

1. 기기 설정 및 플라즈마 점화
2. 기기 성능 평가 및 문제 해결
3. 배치 세부 정보 생성 또는 수정
4. 필요한 경우 튜닝 및 보정
5. 자동 시료 주입기 장착
6. 시료 목록 준비 또는 가져오기와 필요한 QC 용액 지정

각 단계에서 발생할 수 있는 타임 트랩과 운용을 간소화하는 방법을 소개합니다.



목차로 돌아가기

솔루션

기기의 정기적인 성능 검사 사용

매일 첫 번째 배치 시료를 분석하기 위해 ICP-MS를 설정할 때 발생하는 일반적인 지연은 플라즈마를 점화하고 기기가 예열되기를 기다리며 일반 시스템 점검을 수행하고 나서 시료를 분석하기 전에 반드시 고쳐야 하는 성능 문제를 발견했을 경우입니다. 이 경우 종종 플라즈마를 끄고 시스템이 식을 때까지 기다렸다가 시정 조치를 취해야 합니다.

야간 분석이 종료될 때 자동으로 성능 검사를 수행하도록 일정을 잡음으로서 다음 날 첫 번째 배치 시료 분석 시작시 플라즈마 점화 전에 문제를 파악하고 해결할 수 있습니다.

일반적인 문제 파악 및 해결에 대한 자세한 내용은 '기기 유지보수 및 가동 중단 시간'을 참조하세요.

새롭거나 특이한 시료 처리

일반적으로 분석하는 시료와는 다른 시료가 들어오는 경우 사용하는 기기에 따라 분석법 설정을 조정해야 합니다.

표준 분석법 설정에 많은 변경 사항을 적용하지 않고 특이한 시료를 처리할 수 있으면 많은 시간을 절약할 수 있지만, 그러려면 ICP-MS에 특정 기능이 있어야 합니다.

- ICP-MS는 다양한 고 매트릭스 시료를 분석해야 하기 때문에 플라즈마 견고성이 중요한 고려사항 중 하나입니다.
- 미지 시료 및 다양한 시료의 주원소로 인해 새롭거나 예상하지 못한 스펙트럼 중첩이 발생할 수 있기 때문에 동중원소를 제거하는 He 충돌 모드와 같은 기능이 있으면 결과의 정확성을 보장할 수 있습니다.
- 미지 시료에는 예상보다 높은 농도의 표적 분석물질이 포함되어 있을 수 있습니다. 따라서 측정 범위가 넓은 ICP-MS는 시료를 재분석해야 하는 검량 범위를 벗어난 결과를 보고하기 보다는 유효한 결과를 확보하도록 하는 데 도움을 줄 수 있습니다.

시료 배치 세부 정보 추가를 간소화

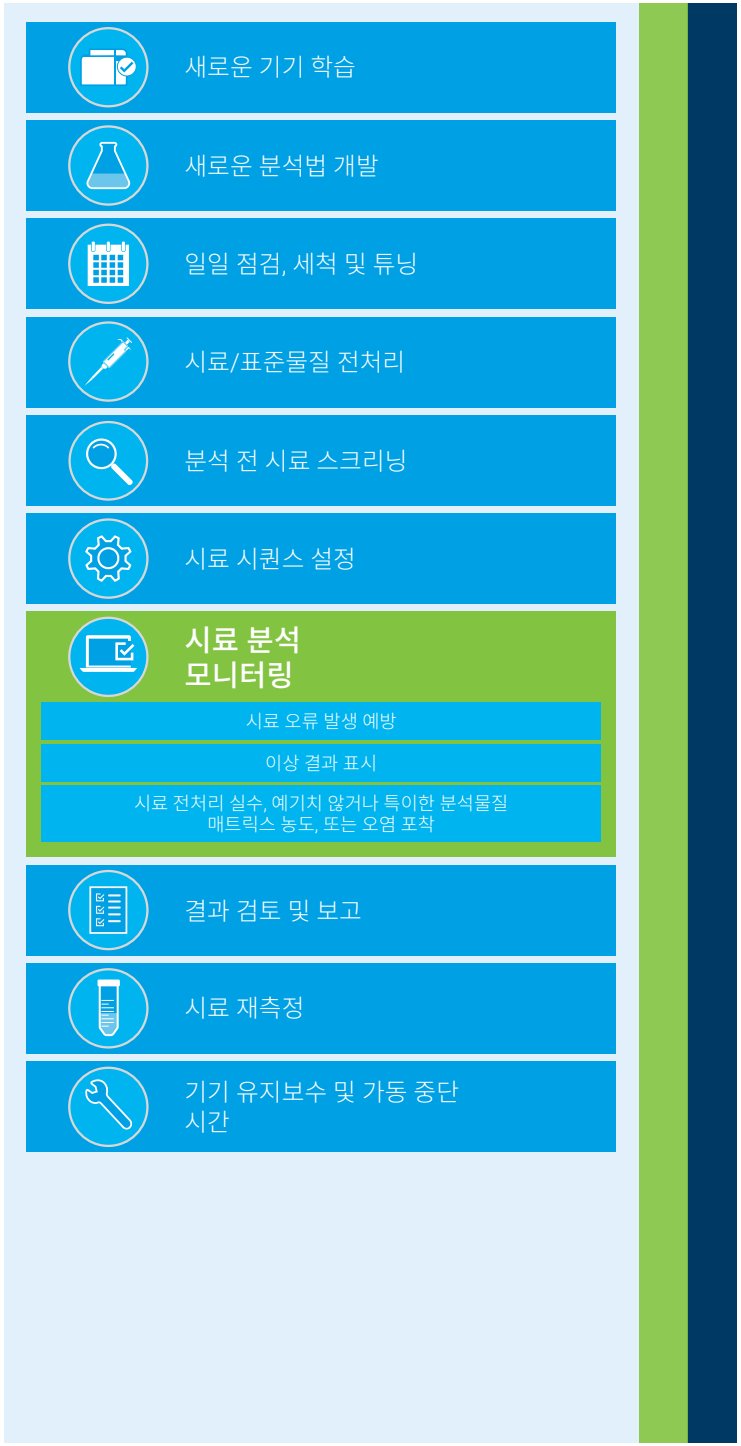
최신 ICP-MS 기기에는 시료 분석 설정을 간소화할 수 있는 여러 가지 방법이 있습니다.

- 한 번의 분석으로 주원소 및 부원소들을 측정합니다. 아마도 현재는 배치 시료를 두 가지로 분리해 분석하고 있을 수 있습니다. 하나는 높은 농도로 존재하는 원소('주원소')를 측정하기 위한 것이고 다른 하나는 낮은 농도로 존재하는 원소('부원소' 및 '극미량 원소')를 측정하기 위한 것입니다. 이는 분리된 기술을 사용해도 수행될 수 있습니다. 측정 범위가 매우 넓은 ICP-MS 검출기의 발전으로 이러한 한계가 극복되었기 때문에 단 하나의 시료 배치에서 모든 원소를 측정할 수 있습니다.
- 동일한 시료 배치에 포함된 다양한 시료 중 다양한 원소를 측정합니다(예: 먹는 물 시료 중 20가지 원소, 토양 시료 중 12가지 원소, 폐수 시료 중 8가지 원소). 일부 기기의 경우 각 시료에서 동일한 원소만 측정하는 것으로 제한합니다. 분석법이 정해져 있기 때문입니다. 시료 유형 각각에 대해 세 가지 다른 측정을 설정해야 할 수 있습니다. Agilent 7850과 같은 일부 ICP-MS 기기는 각기 다른 시료 중 측정할 분석물질의 특정 그룹을 선택할 수 있는 '하위 목록' 기능을 사용합니다. 하위 목록을 사용하면, 한 번의 분석 실행과 단일 전역 검량을 사용하여 먹는 물, 토양 및 폐수 시료 모두를 분석할 수 있으며, 다른 시료 유형에서만 관심 대상인 원소에 대한 데이터를 수집하느라 시간을 낭비할 필요가 없습니다.
- 자동 희석배수 계산. 이는 시료 목록을 설정하고 검량 표준물질을 입력할 때 시간을 절약할 수 있는 간단하고 효과적인 방법입니다. (전처리 실험실에서 생성하고 LIMS에서 다운로드할 수 있는) 시료 무게 및 부피를 입력하거나 가져오는 방식으로 기기 소프트웨어가 측정된 농도와 보고된 농도 모두를 확인합니다. 혼합 원액을 연속 희석하는 방식으로 검량 표준물질을 생성하는 경우, 사용자가 각 표준물질의 각 원소 농도를 입력하는 대신 소프트웨어가 배수를 적용해 모든 분석물질 농도를 계산하는 방식으로 전체 표준물질 표를 완성할 수 있습니다.
- LIMS 시스템에서 시료 정보를 가져오면 지루한 데이터 입력을 줄일 수 있습니다.
- 이 기능은 다양한 시료 '블록' (예: 검량 표준물질 블록, 미지 시료 블록, QC 및 블랭크 용액 블록 등)으로 시퀀스에 다양한 시료 유형을 지정할 수 있게 합니다. 이러한 블록은 지정된 순서 및/또는 지정된 시료 번호 또는 타임 트리거로 실행할 수 있습니다. 블록을 사전 정의하고 템플릿에 저장하면 분석을 실행할 때마다 재사용할 수 있으므로 분석가는 미지 시료 목록만 업데이트하면 됩니다.

시료 분석 모니터링

타임 트랩

ICP-MS에서 많은 데이터가 생성될 수 있습니다. 시료 배치는 200~300개의 미지 시료로 종종 분석되며 여기에 더하여 10개의 검량물질과 최대 50개의 QC 용액이 분석됩니다. 그리고 각 시료에는 30종의 이상의 분석물질과 내부 표준물질에 대한 결과가 포함되고, 이에 대한 분석은 3회씩 반복합니다. 다양한 시료 유형과 주원소로 인해 각 시료에서 다양한 오류가 발생할 가능성이 있으므로, 데이터 품질을 확인하기 위해 분석 실행을 모니터링하는 것이 문제가 될 수 있습니다. 특히, 경험이 없는 사용자의 경우 화면에 표시되는 데이터 표가 너무 많아 결과를 검토하는 것이 힘든 작업이 될 수 있습니다. 이렇게 많은 양의 데이터를 검토하는 중 문제가 누락될 수 있으며, 분석 중에 발견되었더라면 쉽게 해결될 수 있었던 문제를 다시 해결하기 위해 시료를 재분석 해야 할 수 있습니다.



목차로 돌아가기

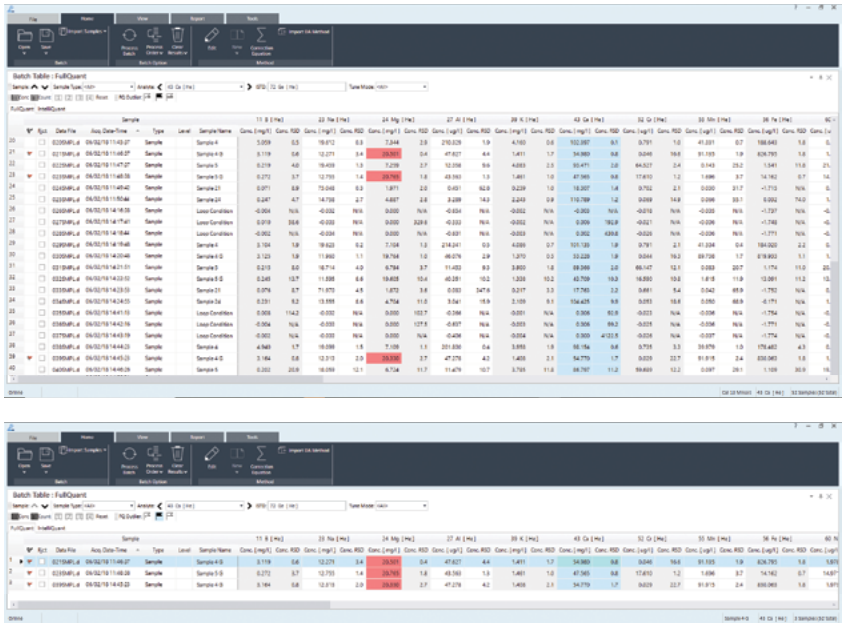
솔루션

시료 오차 발생 예방

사용하는 분석법과 기기 모두 결과 모니터링을 보다 간소화하는 데 있어 중요한 역할을 담당합니다. '시료 오차를 최소화하는 분석법 생성'을 참조하세요.

이상 결과 표시

ICP-MS 결과를 해석할 때는 분석자의 경험과 지식이 도움이 됩니다. 하지만, 최신 ICP-MS 시스템에는 경험이 부족한 분석자를 위해 작업을 간소화하고 속도를 높여주는 많은 기능이 내장되어 있습니다. 예를 들면, 최적화된 ICP-MS 시스템 구성과 분석법을 통해 이전에 사용자가 식별 및 수정하기 위해 어려움을 겪었던 오류의 원인을 제거할 수 있습니다. 데이터 분석 도구는 검토 과정에서도 새로운 사용자에게 도움을 줄 수 있습니다. 결과가 표시되는 대로 필터링하는 것이 가능하기 때문에 %RSD 또는 실패한 QC 테스트처럼 지정된 기준을 충족하지 않는 결과에 표시합니다. 이를 통해 문제가 되는 결과를 쉽게 파악할 수 있습니다(아래 이미지에서 확인).

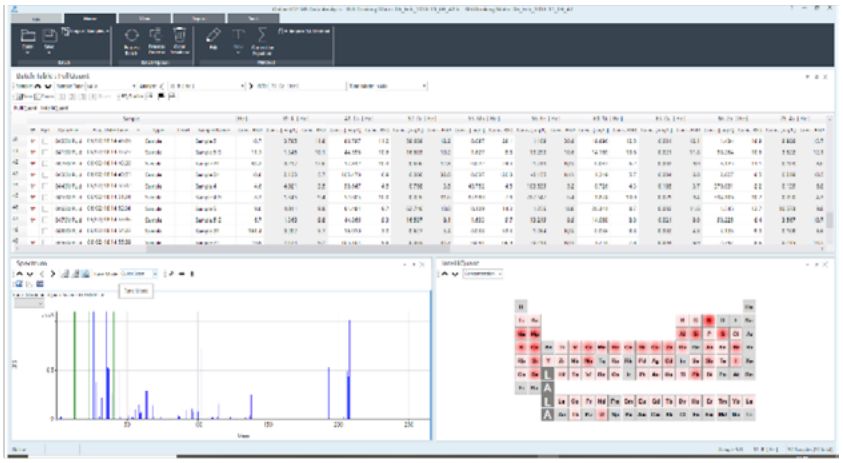


Agilent MassHunter Outlier Conditional Formatting 기능은 지정된 기준을 충족하지 않는 시료 결과를 표시합니다. 빨간색 플래그는 문제가 있는 결과를 강조 표시하고, 문제해결을 용이하게 하기 위해 화면에 이러한 결과만 표시할 수 있습니다.

시료 전처리 실수, 예기치 않거나 특이한 분석물질 또는 매트릭스 농도, 또는 오염 포착

ICP-MS 소프트웨어에는 데이터 표에 잠재적인 오류를 표시하는 것 뿐만 아니라 사용자가 문제가 되는 결과의 원인을 파악하는 데 도움이 되는 유틸리티가 포함될 수 있습니다. ICP-MS 분석법에 분석하는 동안 각 시료의 전체 질량 스펙트럼을 수집할 수 있는 기능이 포함되어 있는 경우 이를 문제해결에 사용할 수 있습니다. 예를 들어, 바쁜 분석자가 시료 전처리를 하는 동안 산을 추가할 때 시료 바이알에 추가하는 것을 잊었을 수 있습니다. Cl가 전체 질량 스캔에서 누락되거나 매우 낮은 수준으로 존재하면 HCl가 해당 시료에 추가되지 않았음을 나타내는 것입니다.

보다 일반적으로, 실험실에서 수많은 미지 시료 또는 다양한 시료를 측정하는 경우 예상하지 못한 매트릭스 성분 또는 높은 농도의 분석물질이 특정 시료에 존재할 수 있습니다. 전체 질량 스펙트럼 데이터에서 이러한 예상하지 못한 원소를 빠르고 쉽게 파악할 수 있습니다. 아래 이미지에서 확인할 수 있듯이, 각 시료에 대한 정량 결과는 화면 상단의 표에 표시됩니다. 선택한 시료 라인에 대해 측정된 전체 질량 Quick Scan 스펙트럼은 하단 왼쪽에 표시됩니다. 오른쪽의 IntelliQuant 주기율표 보기는 Quick Scan 스펙트럼에서 확인된 모든 원소의 농도 범위를 표시합니다. 이러한 반정량 결과에는 정량 분석에 포함된 분석물질뿐만 아니라 최대 78가지 원소를 포함할 수 있습니다. 이러한 시각적인 프레젠테이션을 사용해 빠르게 시료를 비교하고, 예상하지 못하거나 특이한 원소의 존재를 파악하고, 오염 때문인지 아니면 비정상적이거나 라벨링 오류가 있는 시료 매트릭스 때문인지를 파악할 수 있습니다.



결과 검토 및 보고

타임 트랩

분석하는 동안 데이터를 실시간으로 확인하는 것과 마찬가지로 분석이 완료된 후 시료 결과를 하나씩 확인하는 것도 지루하고 오류가 발생하기 쉬운 작업입니다. 전형적인 다원소 ICP-MS 배치에 대해 보여진 결과의 수에 압도될 수 있습니다. 또는 이상 수치 및 위양성 또는 위음성 결과가 누락되어 잘못된 결과를 보고할 수 있습니다. 데이터 검토는 타임 트랩을 유발할 뿐만 아니라 실패한 시료를 다시 측정해야 하는 경우 낭비되는 시간이 늘어납니다. 더욱 심각한 것은 고객이 의문이 있거나 중요한 결정을 내리기 위해 사용된 잘못된 결과 보고로 인한 잠재적 평판 손상입니다. 하지만 미지 시료내 분석물질에 대한 예상 범위나 목표 값이 없는 경우, 본인과 고객에게 보고된 결과가 정확한지 어떻게 확인할 수 있습니까? 종종 실험실은 안전을 위해 예상하지 못한 결과가 나온 시료를 다시 분석하거나, 두 번째 기술을 사용해 데이터를 확인해야 한다고 결론을 내리는 경우가 많습니다. 이러한 모든 작업에는 추가로 시간과 노력이 요구되기 때문에 생산성 하락의 원인이 됩니다.

목차로 돌아가기

솔루션

시료 오류를 최소화하는 분석법 생성

분석법 개발은 결과 검토에 소요되는 시간을 줄이는 데 있어 중요한 역할을 담당합니다. 견고성을 바탕으로 ICP-MS를 설정해 시료 매트릭스를 처리하고 모든 분석물질을 측정할 수 있는 측정 범위를 확보하면 데이터 오류를 최소화할 수 있습니다. 이와 마찬가지로 적절한 셀 조건을 사용해 스펙트럼 중첩을 제어할 수 있습니다.

ICP-MS 분석자는 신뢰할 수 없는 데이터의 일반적인 원인을 해결할 수 있는 설정을 사용하여 데이터를 검토하고 보고를 훨씬 빠르고 쉽게 수행하며 오류를 줄일 수 있습니다. 예를 들어, Agilent 7850 기기의 헬륨 모드 충돌 셀은 동중원소 이온의 영향을 최소화하고, 예상하지 못한 매트릭스 원소의 중첩을 제거하고, 내부 표준물질에 대한 간섭 문제를 해결합니다. 일반적인 동중원소 이온 중첩을 해결하기 위해 보정 방정식을 사용할 필요가 없다는 의미이기도 합니다. 보정 방정식이 존재할 수 있는 모든 간섭을 설명하지 못하기 때문에 추가로 오류 발생의 원인이 되는 경우가 많습니다.

특히, 바륨(Ba)이나 희토류 원소가 함유된 시료가 들어올 가능성이 있는 경우 2가 전하 이온의 간섭을 보정하는 기능을 사용하는 것도 유용합니다. 이를 분석법에 추가할 수 있기 때문에 2가 전하 이온으로 인한 간섭이 보고 결과에서 자동으로 보정됩니다.

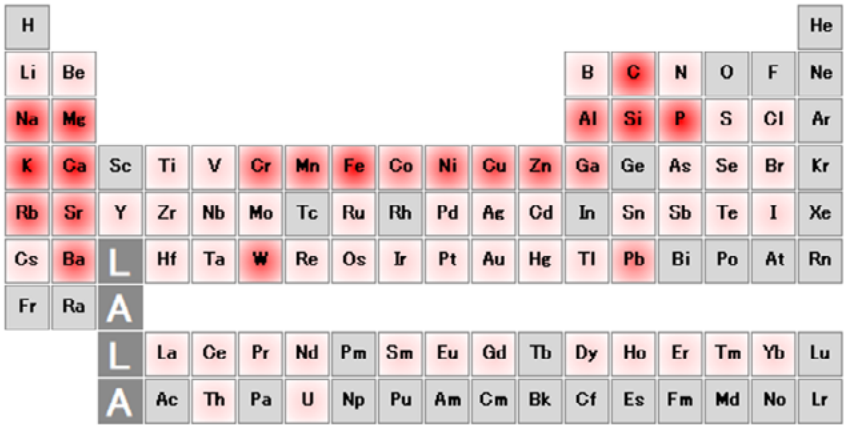
분석에 2차 정성 동위원소를 사용하면 일상적인 데이터 확인에 도움이 되기 때문에 결과에 확신을 가질 수 있습니다. 결과에 대해 의문이 있는 경우에도 2차 동위원소 데이터가 유용합니다. 두 가지 동위원소가 동일한 경우 동위원소의 결과를 비교해 결과가 정확한지 확인할 수 있습니다.

이상치 결과를 조사하거나 결과에 대한 고객 의문이 있을 때 7850의 IntelliQuant 기능과 같은 고속 반정량 분석 도구를 사용하는 것이 유용합니다. IntelliQuant는 시료의 전체 원소 조성을 확인해 각 원소의 대략적인 농도를 확인할 수 있습니다. 예상하지 못한 시료 결과를 IntelliQuant 결과와 비교할 수 있습니다. IntelliQuant 전체 질량 스캔을 사용해 동위원소 존재비 패턴에 따라 원소의 존재를 확인할 수 있습니다. (이 페이지에서 확인할 수 있는 듯이) 이 기능을 다크 초콜릿 시료를 통해 설명합니다. 여기서 예상하지 못한 ppm이 수준의 텅스텐(W)의 존재가 IntelliQuant 동위원소 존재비 템플릿을 통해 확인되었습니다.

데이터 분석용 소프트웨어 도구 사용

많은 용량을 처리하는 실험실에서는 데이터를 전문화된 QC 프로그램으로 내보내 데이터 분석을 자동화합니다. ICP-MS 기기에 한계치를 설정할 수 있는 소프트웨어 기능이 포함되어 있어 한계치를 벗어나는 결과는 표시되거나 시료를 다시 분석합니다. Agilent 7850에는 시료 결과를 필터링하는 Outlier Conditional Formatting 기능이 포함되어 있어 사전 정의된 기준을 충족하지 못하는 결과만 표시됩니다. 이를 통해 조사가 필요한 결과를 쉽게 파악할 수 있습니다. 이 기능은 QC 시료, ISTD 또는 기타 용액 유형의 실패에 대해 조치를 취하도록 설정할 수도 있습니다.

많은 실험실에서 통합 데이터 시스템을 사용해 실험실 시스템 간에 정보를 전송합니다. 예를 들어, 전처리 실험실에서 ICP-MS로 시료 무게 및 시료 부피 데이터를 제공하고, ICP-MS의 보고 결과와 QC 플래그를 실험실 정보 관리 시스템(LIMS)으로 전송합니다. 보고 측면에서 LIMS 시스템이나 타사 보고 패키지로 데이터를 쉽게 내보낼 수 있는 기능은 보고서 생성의 부담을 줄이는 데 매우 유용할 수 있습니다.



Agilent ICP-MS IntelliQuant 색상 강도 히트 맵은 각 원소의 상대 농도를 표시합니다. 이 다크 초콜릿의 시료는 상대적으로 높은 농도의 Ca, Cr, Ni, W 및 Pb를 보여줍니다. 이 데이터는 검량 표준물질에 포함되지 않은 원소에 대해 보고할 수 있습니다.

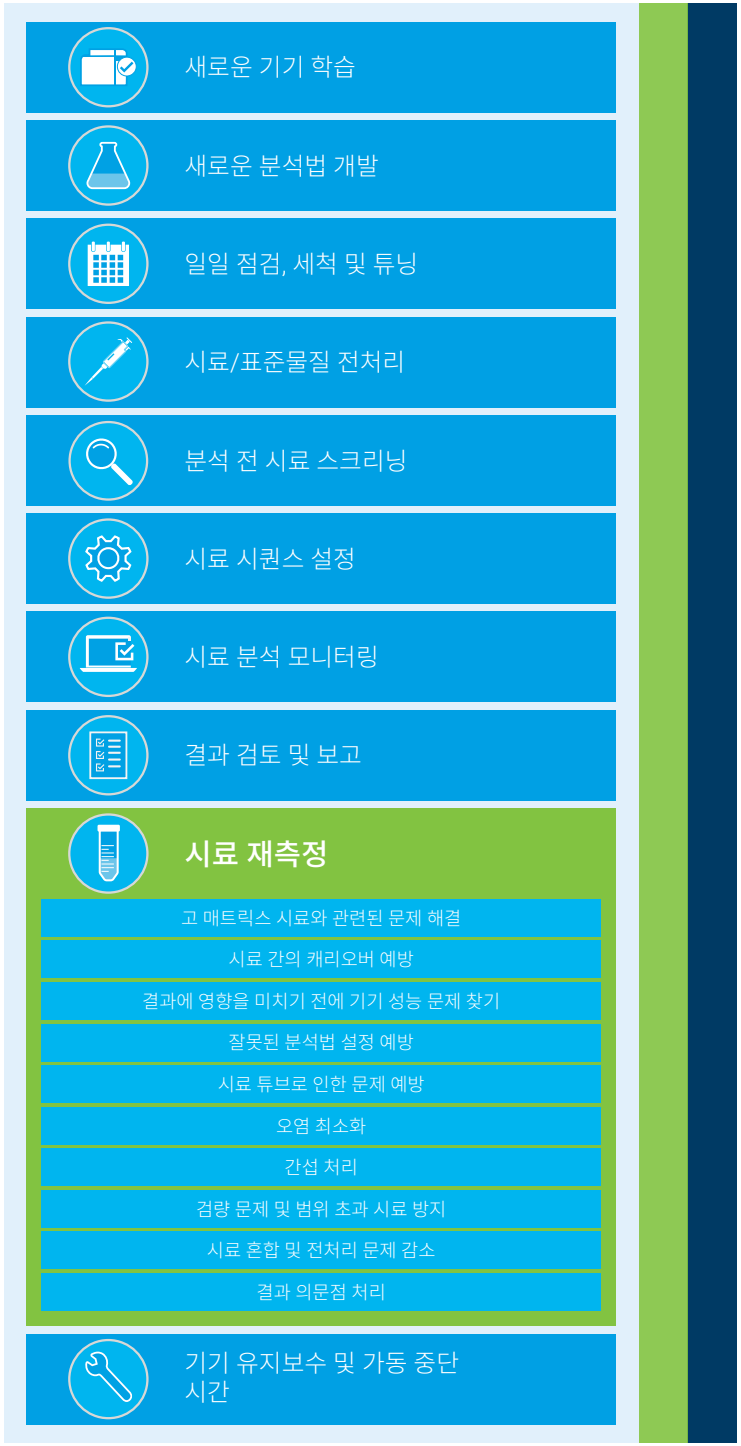
시료 재측정

타임 트랩

대부분의 실험실에서 시료 처리량과 생산성에 주의를 기울이지만, 시료를 한 번 이상 측정해야 할 때 발생하는 비용은 고려하지 않습니다.

규제되거나 실험실에서 마련한 분석법을 이용하는 동안 QC가 실패하면 검량, 다양한 QC 용액, 블랭크를 다시 실행한 다음 마지막 10개 이상의 시료를 반복해야 할 수 있습니다. 더 난해한 시료의 경우 시료의 재측정을 위해 시료를 다시 분해하고 ICP-MS 분석을 반복하는 과정을 거쳐야 할 수 있습니다. 시료 재측정으로 인해 이 모든 것은 상당한 시간과 비용이 수반됩니다. ICP-MS 실험실에서 생각하는 것보다 큰 부담이 될 수 있습니다.

하지만, 시료 재측정의 여러 가지 원인과 관련해 잠재적인 시간 트랩을 줄이고 일상적인 ICP-MS 운용을 간소화하는 상대적으로 간단한 방법이 있습니다.



목차로 돌아가기

솔루션

시료를 두 번 이상 측정하게 만드는 다양한 원인이 존재합니다. 여기서는 일반적인 원인과 그 영향을 피하거나 최소화하는 방법을 소개합니다.

고 매트릭스 시료와 관련된 문제 해결

고체 함량이 높은 시료에 대한 확장 분석은 인터페이스 콘에 침적물 축적으로 인한 드리프트로 이어질 수 있습니다. 이러한 침적물은 감도 하락, 정밀도 하락, QC 실패 등의 문제를 유발할 수 있습니다. '고 매트릭스 시료 분석 팁'을 참조하세요.

수동으로 고 매트릭스 시료를 희석하는 것은 많은 시간이 소요되는 작업이며, 자동 희석기는 비용이 많이 들고 복잡할 뿐만 아니라 희석으로 인해 오염과 오류를 일으킬 수 있습니다. Agilent 7850에는 시료 에어로졸 희석에 아르곤 가스를 사용하는 Ultra High Matrix Introduction(UHMI) 시스템이 포함되어 있어 일반적인 액체 희석으로 인한 시간과 비용을 절약할 수 있습니다. 에어로졸 희석에 UHMI를 사용하면 최대 25%의 총 용존 고형물이 함유된 혼합 고 매트릭스 시료를 바로 주입할 수 있습니다. UHMI는 매트릭스 영향과 드리프트를 줄이는데, 이는 분석 중 QC 실패 감소, 사양을 벗어나는 내부 표준물질 드리프트 감소, 재검량 및 재분석 필요성 감소, 시료 관련(예: 억제) 문제 감소를 의미합니다.

시료 간의 캐리오버 예방

시료 배치 중 예상치 못할 정도의 고 매트릭스 시료는 흡수성이 높거나 "끈적거리는" 원소(Hg, B, Mo, W)가 다음 시료로 유입되어 오염을 초래할 수 있습니다. 이러한 오염으로 인해 잘못된 높은 결과가 나올 수 있습니다. 시료를 전처리하는 동안 HCl를 추가해 시료 용액을 안정화하면 많은 원소의 가용성과 안정성이 개선되기 때문에 캐리오버로 인한 오류를 줄이는 데 도움이 됩니다.

또한 헹굼 사이클 동안 신호를 모니터링하는 자동화된 헹굼 기능을 통해 캐리오버를 방지할 수 있습니다. Agilent 7850 기기에는 설정한 임계값 이하로 신호가 떨어질 때까지 자동으로 세척 용액을 펌핑하는 Intelligent Rinse 기능이 포함되어 있습니다.

결과에 영향을 미치기 전에 기기 성능 문제 찾기

매일 분석을 시작하기 전에 자동 기기 성능 검사를 수행하면 기기 또는 유틸리티와 관련된 결함(예: 아르곤 압력, 냉각수 흐름, 배출 벤트 작동)을 찾아낼 수 있습니다. 시스템을 시작하는 동안 수행되는 이러한 점검을 통해 문제가 분석 성능에 영향을 미치기 전에 이를 표시합니다.

매일 시퀀스를 마칠 때 실행 후 성능 검사를 추가하면 다음 날 기기를 시작하기 전에 결과를 확인할 수 있기 때문에 미리 시작할 수 있습니다. 실행 후 성능 검사를 사용해 기기를 시작하기 전에 문제를 파악하고 해결할 수 있기 때문에 다음 날의 시간을 절약할 수 있습니다. Agilent 7850에서 시료 배치를 분석하기 전에 실행할 성능 검사 일정을 세울 수 있기 때문에 데이터 품질을 검사하는 데 도움이 됩니다. 분석 후 성능 검사를 분석 대기열이 끝날 때 실행하도록 일정을 세울 수도 있습니다.

잘못된 분석법 설정 예방

기기 분석법 설정은 결과에 지대한 영향을 미칠 수 있습니다. 이러한 상황을 예방하기 위해 시료 배치에 Laboratory Control Sample(LCS)로 도입한 인증 표준물질(CRM)을 분석합니다. 분석법 개발 프로세스의 일부로 시료와 유사한 매트릭스를 가진 CRM을 항상 포함시켜야 합니다. CRM을 측정할 때 극미량 농도에서 양호한 회수율을 얻을 수 있어야 합니다. 극미량 농도에서 양호한 회수율을 얻을 수 없는 경우 분석법을 추가적으로 최적화해야 합니다.

사전 준비된 분석법과 분석법 최적화 도구를 사용하는 것도 분석법을 올바르게 설정하는 데 도움이 됩니다. 자세한 내용은 '새로운 분석법 개발'을 참조하세요.

시료 튜브로 인한 문제 예방

연동 펌프 튜브가 마모, 누출되거나 조정이 잘 안된 경우에는 결과 정밀도가 떨어지고, 이로 인해 시료를 다시 측정해야 할 수 있습니다.

정기적으로 일상적인 유지보수를 수행하면 연동 펌프의 튜브 문제가 방지됩니다. 매일 일과를 시작할 때 또는 표준 작업 절차에 규정된 때에 튜브의 탄성, 견고성, 연결부 및 장력을 확인합니다. 매일 일과를 끝낼 때 연동 펌프 튜브를 빼는 것은 수명 보존을 위해 꼭 필요합니다. 이러한 점검을 수행하면 펌프 튜브 문제로 인해 시료를 다시 측정해야 할 부담을 줄일 수 있습니다. 또한 새로운 펌프 튜브가 길들여질 때까지 기다리느라 시간을 낭비하지 않아도 됩니다. 자세한 내용은 '펌프 튜빙 관리'를 참조하세요.

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

오염 최소화

ICP-MS는 매우 민감하기 때문에 오염이 오류의 주요 원인이 되어 시료의 재측정을 유발할 수 있습니다. 자세한 내용은 '오염 문제 예방'을 참조하세요.

간섭 처리

여러 가지 출처의 간섭으로 인해 ICP-MS[5]를 사용한 극미량 원소 측정에서 정확성이 떨어질 수 있습니다. 가장 최신 기기에는 이 문제를 다루기 위한 여러 가지 방법이 포함되어 있습니다. 예를 들어, Agilent 7850에는 동중원소 간섭으로 인한 데이터 오류를 실질적으로 제거하는 헬륨 셀 모드('동중원소 간섭 제어를 위한 헬륨 모드 사용' 참조)가 포함되어 있습니다. 이는 매트릭스 기반 오류에 영향을 받는 시료가 더 적어진다는 의미입니다. He 충돌 모드는 정성 동위원소에 대한 접근을 허용하는 방식으로 데이터 유효성을 확인하는 데도 도움을 줍니다. 결과에 대한 확신은 의문스러운 데이터를 확인하기 위해 시료를 다시 분석해야 한다는 부담이 감소함을 의미합니다.

희토류 원소의 2가 전하 이온으로 인해 발생하는 간섭은 반 질량 보정 알고리즘을 사용해 제거합니다. '2차 전하 간섭 수정'을 참조하세요.

5. 다양한 유형의 간섭 설명은 US EPA Method 200.8을 참조하세요.

검량 문제 및 범위 초과 시료 방지

검량 범위를 초과하는 비선형적인 검량 및 시료가 일반적인 재측정 원인입니다.

기기 검출기의 측정 범위는 이 문제의 발생 빈도에 큰 영향을 미칩니다. 측정 범위가 넓어 표준 분석법 설정에서 주원소를 측정할 수 있기 때문에(사용자의 맞춤형 감쇠가 필요하지 않음) 범위를 초과하거나 검량 범위를 벗어난 결과가 감소합니다. 자세한 내용은 '검량 문제 예방' 및 '범위 초과 오류 예방'을 참조하세요.

시료 혼합 및 전처리 문제 감소

시료의 혼동이 없어야 하지만, 바쁜 일정의 실험실 직원들은 실수를 할 수 있습니다.
자동 시료 주입기 랙에 시료를 놓을 때 바이알을 잘못된 위치에 놓는 사소한 실수는 발견하기 어렵고 해결하기 힘든 오류를 초래할 수 있습니다. 자동 시료 주입기에 시료 랙을 올려놓을 때에도 섞이는 문제가 있을 수 있습니다.

시료 바코드 시스템을 사용해 시료가 섞이는 문제를 최소화할 수 있습니다. 시료 전처리를 시작할 때 시료 테스트 튜브에 바코드를 부착하고 시료 전처리부터 분석까지 동일한 테스트 튜브를 사용해 시료가 섞이는 문제를 최소화할 수 있습니다. 분석에서 QC 용액과 시료 복제본을 사용하는 것도 도움이 됩니다.

하나의 용기에서 다른 용기로 시료를 이송하는 횟수를 줄이는 것도 시료가 섞이는 위험을 줄여주고 오염을 통제하는 데 도움이 됩니다. 자세한 내용은 '이송 단계 감소'를 참조하세요.

결과 의문점 처리

의심되는 결과도 시간을 낭비하는 시료 재측정의 또 다른 일반적인 원인입니다. 시료를 측정할 때 수집한 추가 데이터를 사용해 원래의 결과를 확인하는 방식으로 재측정을 피할 수 있습니다. Agilent ICP-MS 분석법은 전체 질량 Quick Scan 스펙트럼을 포함할 수 있기 때문에 이를 사용해 전체 질량 스펙트럼을 수집하고 각 시료에 함유된 모든 원소의 반정량 농도를 계산할 수 있습니다. 대부분의 분석물질의 경우 2차 동위원소를 사용해 결과를 확인할 수 있습니다.

또한, IntelliQuant 데이터를 사용해 시료 전처리에서의 오류를 파악할 수 있습니다. 예를 들어, Cl에 대한 신호가 낮으면 시료 전처리 동안 HCl가 추가되지 않았음을 나타낼 수 있습니다.

현장 문제를 조사할 때도 전체 질량 스펙트럼 데이터가 유용할 수 있습니다. 예를 들어, 생산 시설에 티타늄(Ti)과 관련된 문제가 있을 수 있습니다. 표준 시료 분석에 Ti를 포함하지는 않았지만, 모든 시료를 분석한 전체 질량 스펙트럼 데이터를 확보해 이를 사용함으로써 Ti가 증가하기 시작하는 시점을 확인할 수 있습니다. 그리고 이러한 정보를 사용해 생산 문제의 원인을 추적할 수 있습니다.

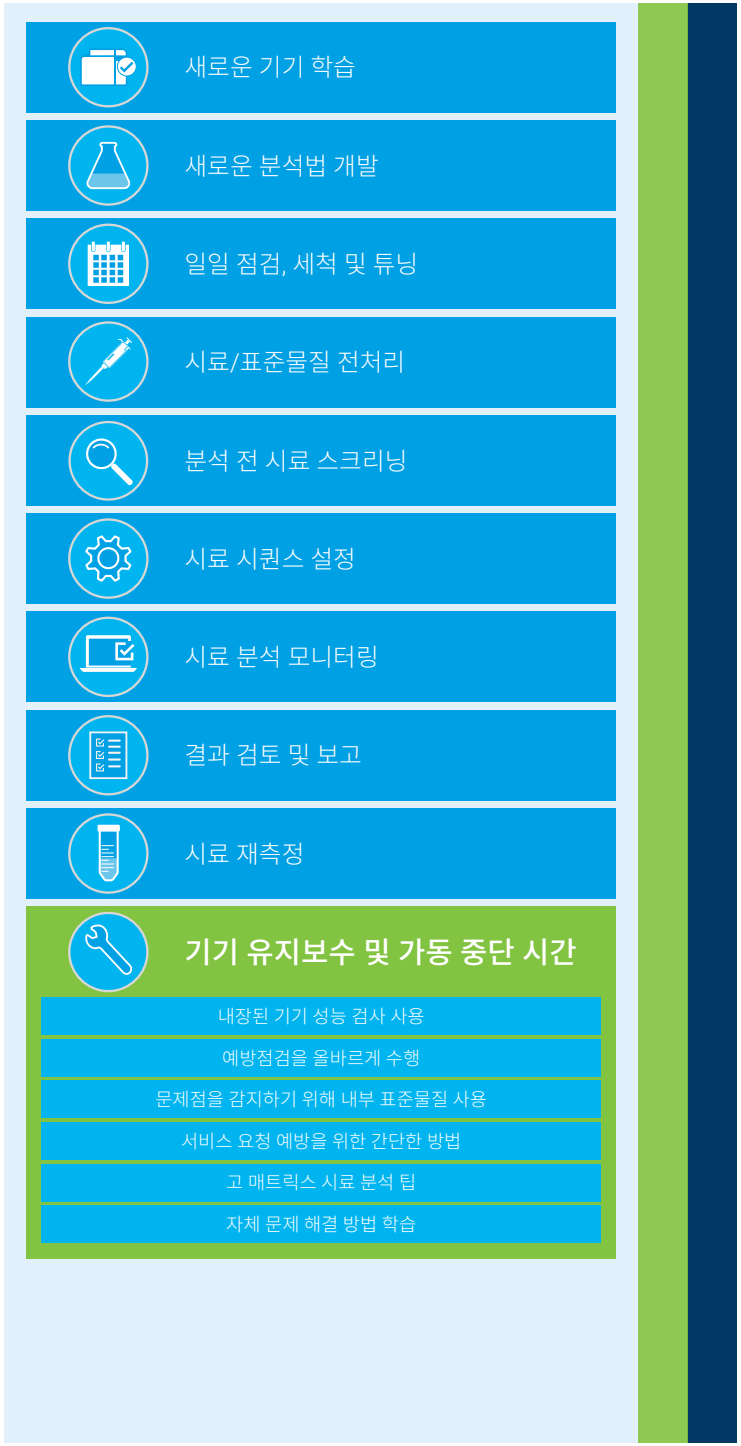
QC 용액에 익숙하지 않습니까?

품질 관리 시료에서 내부 표준물질을 모르시겠습니까? 이러한 용어들의 정의는 US EPA Method 200.8의 5페이지(여기)에서 찾을 수 있습니다.

기기 유지보수 및 가동 중단 시간

타임 트랩

ICP-MS 기기는 어렵고 시간 소모적이며 유지관리 비용이 높다는 것은 흔한 오해입니다. 또한, 일부 사용자들은 분석 기기가 유지보수나 개입 없이 매일 잘 작동할 것이라고 생각합니다. 실험실에서는 흔히 기기 가동 중단 시간을 가장 큰 문제로 여깁니다. 하지만, 서비스 엔지니어가 도착해 확인해 보면 대부분의 문제는 기기의 세척이나 일상적인 조정만으로도 해결할 수 있습니다. 이러한 간단한 작업은 방법만 안다면 분석자도 해결할 수 있습니다.



목차로 돌아가기

솔루션

내장 기기된 성능 검사 사용

상업 실험실은 생산성 극대화 압력과 높은 시료 작업 부하를 경험하고 있기 때문에, 정기적인 유지보수 일정을 세우는 것은 최적의 기기 성능을 유지하고 분석 중 가동 중단 시간을 유발하는 사소한 문제를 예방할 수 있습니다. 매일 분석을 시작하기 전과 무인 야간 분석이 끝날 때 자동화된 기기 성능 검사를 실행하는 아주 좋은 전략입니다. 성능 검사를 통해 분석을 시작하기 전에 기기 상태를 확인합니다. 이러한 점검으로 성능이 떨어지기 시작할 때 분석을 중단하고 시료를 다시 분석해야 할 가능성을 감소시킵니다. 대부분의 ICP-MS 기기에는 성능 테스트가 내장되어 있고, 배출 벤트 온도 및 가스 공급 압력과 같은 유틸리티를 테스트할 수도 있습니다.

Agilent 7850 ICP-MS에는 일반적인 실행 전 검사뿐만 아니라 분석 대기열에서 실행 후 성능 검사 일정을 세울 수 있는 기능이 포함되어 있습니다. 기기를 야간에 실행하는 경우, 실행 후 검사는 특히 유용합니다. 다음 날 실험실에 출근하면 실행 후 검사 결과에 다음 분석을 시작하기 전 해결해야 하는 문제가 있는지를 알려줍니다. 예열 시간과 실행 전 검사를 기다릴 필요 없이 유지보수 또는 조정이 필요한지를 확인할 수 있습니다.

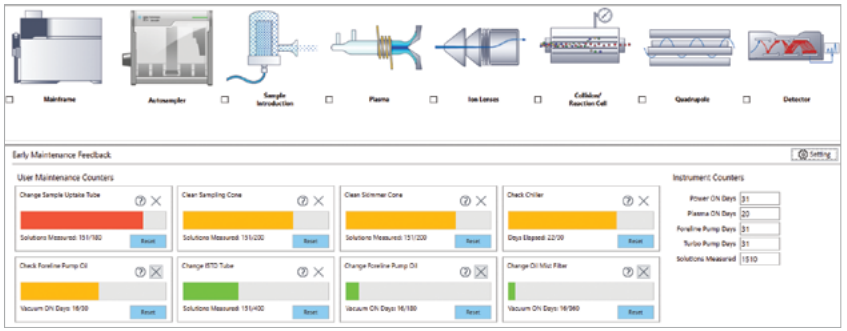
예방점검을 올바르게 수행

많은 실험실은 일상 업무 또는 표준 작업 절차에 기기 유지보수 및 세척을 포함합니다. 하지만, 이러한 작업을 수행하는 시점은 기기 기본사양, 이전 기기, 다양한 시료 유형 또는 다른 금속 분석 기술에서 수행한 작업에 따라 달라집니다. 너무 자주 필요 이상으로 인터페이스 콘을 세척하거나 펌프 튜빙을 교체해 시간과 비용을 낭비할 수 있습니다. 반대로, 실험실 절차에 명시된 세척 및 유지보수 일정은 특히 실험실이 시간 압박을 받을 때 잊혀지거나 무시될 수 있습니다. 이러한 작업을 수행하지 않으면 결과에 큰 영향을 미칠 수 있으며, 분석자는 문제를 해결하고 시료를 재측정하는데 많은 시간을 낭비할 수 있습니다.

대부분의 최신 기기에는 기기 자체 성능 검사와 유지보수 또는 세척 작업을 수행해야 할 때를 알려주는 경고 기능이 포함되어 있습니다. 예를 들어, 7850 ICP-MS에는 일반적인 예방점검 작업을 수행해야 함을 분석자에게 알려주도록 경고를 설정할 수 있는 유지보수 사전점검 피드백(EMF) 시스템이 포함되어 있습니다. 이러한 경고는 실험실 요구 사항에 맞게 구성할 수 있으며, 실행한 시료의 수량, 작동 시간 또는 센서의 피드백을 기반으로 할 수 있습니다.

자동차에 권장하는 서비스 간격이 환경 및 운전 조건에 따라 달라질 수 있는 것처럼 ICP-MS의 일상적인 유지보수도 시료 수량과 유형에 따라 달라질 수 있습니다. 이를 통해 서비스 일정 간격을 보다 정확하게 유지할 수 있으며, 단순하게 경과 시간에 의존하는 것보다 기기 성능을 더 잘 유지할 수 있습니다. 이러한 경보를 실험실에서 일반적으로 분석하는 시료 유형에 맞게 조정할 수 있습니다. 예를 들어, 깨끗한 물 시료를 분석하는 ICP-MS의 경우에는 산 분해 토양과 같은 까다로운 고 매트릭스 시료를 분석하는 데 사용되는 ICP-MS보다 유지보수 횟수가 적습니다.

EMF 기능의 또 다른 장점은 감사 중에 증거로 사용할 수 있다는 점입니다. 예를 들어, 실험실의 일상적인 유지보수 주기가 3주일에 한 번이지만, 해당 기간에 단 50개의 시료만 분석했다면 유지보수 시점이 지연될 수 있습니다. 감사 기관이 유지보수를 수행하지 않은 이유를 묻는 경우, EMF 기능의 데이터를 사용해 시료 처리량 감소로 인해 예정된 유지보수가 필요하지 않았음을 보여줄 수 있습니다. 이를 통해 실험실은 시간 기반 유지보수 일정에서 완전히 해방되며 더 이상 인쇄본 형태의 ICP 유지보수 기록을 할 필요가 없어집니다. EMF 기능은 모든 데이터를 보관하고 사용자를 위해 유지보수 일정을 정해줍니다. 또 다른 유용한 기능은 유지보수 모니터가 필요한 유지보수 작업을 수행하는 방법을 보여주는 사용자 안내서와 동영상 튜토리얼에 연결되어 있는 경우입니다. 이는 유지보수 작업을 정확하게 수행하는지 확인하고 시간을 절약할 수 있는 유용한 방법입니다.



7850에는 유지보수 사전점검 피드백(EMF) 센서 및 카운터가 장착되어 작동 시간이나 측정된 시료 수를 기준으로 유지보수가 필요할 때를 알려줍니다. 신호등 색상으로 구분되는 경고는 펌프 튜브 교체, 콘 세척, 진공 펌프 오일 교체 등의 유지보수 작업을 놓치지는 않되 불필요하게 자주 수행하지 않게 해줍니다.

문제점을 감지하기 위해 내부 표준물질 사용

대부분의 분석자들은 ICP-MS 시료에 내부 표준물질(ISTD)을 추가합니다. 하지만, 대부분의 사용자들은 ISTD 신호가 분석법 QC 요구 사항을 충족하면 ISTD 신호를 모니터링하지 않거나 확인하지 않습니다. 내부 표준물질 신호가 드리프트되기 시작하면 일반적으로 인터페이스 콘에 도달하는 분해되지 않는 매트릭스의 양 내에 문제가 있음을 나타냅니다. 대부분의 경우 이 문제는 ICP-MS를 보다 견고한 플라즈마 조건(더 낮은 CeO^+ 비에 최적화 또는 더 높은 UHMI 희석률로 분석)에서 사용해 해결할 수 있습니다. 또는, EMF 카운터는 예정된 유지보수 작업이 수행되지 않아 나타난 신호 드리프트를 표시할 수 있습니다. 내부 표준물질 신호를 사용해 매트릭스 또는 이온 억제와 같은 기타 시료 관련 문제를 파악할 수도 있습니다. 다시 말하지만, 더 나은 플라즈마 견고성을 위해 최적화하면 이러한 문제를 줄이거나 없앨 수 있습니다.

서비스 요청 예방을 위한 간단한 방법

세척 속도 하락, 캐리오버, 불안정한 내부 표준물질 및 비선형적인 검량과 같은 문제로 인해 서비스 지원을 요청하는 경우가 많습니다. 이러한 문제와 관련된 가동 중단 시간은 시료 전처리 동안 시료에 최소 0.5%의 HCl를 추가하는 것으로 피할 수 있습니다. 수은은 대부분의 분석자가 ICP-MS에서는 측정할 수 없다고 생각합니다. 하지만 HCl를 추가하면 세척 문제 및 수은 분석과 관련된 안정성 문제도 해결할 수 있습니다. ICP-MS의 충돌/반응 셀에서 헬륨 모드를 사용하면 HCl 추가로 인한 Cl 기반 간섭이 제거됩니다.

정기적인 연동 펌프 튜브 교체를 통해 세척 속도 감소와 같은 문제를 줄일 수 있습니다. 오래된 펌프 튜브에 "끈적거리는" 특정 원소 흡착을 높이는 표면 코팅이 이루어지기 때문입니다.

고 매트릭스 시료 분석 팁

고 매트릭스 시료를 측정하는 경우 더 자주 세척해야 합니다. 플라즈마가 최적의 상태가 아닌 경우 매트릭스가 완전 분해되지 않아 인터페이스 콘에 증착될 수 있기 때문입니다.

고 매트릭스 시료로 인해 문제가 발생하는 경우 사용할 수 있는 몇 가지 간단한 전략이 있습니다.

- 더 나은 플라즈마 견고성을 위한 최적화(더 낮은 CeO). 견고한 조건이 Agilent ICP-MS 시스템의 기본사양이지만, 새로운 사용자나 타사 시스템을 사용했던 사용자는 익숙하지 않을 수 있습니다.
- 예를 들면, 더 높은 에어로졸 희석률을 사용해 희석 수준을 높이세요. 수동 또는 자동 희석기 액세서리를 사용하는 액체 희석을 사용할 수 있지만, 이러한 접근법에는 시간과 비용이 수반됩니다.
- 애질런트 통합 시료 주입 시스템(ISIS)과 같은 스위칭 밸브를 추가하면 시료가 흡입되는 시간은 줄이고 헹굼 시간은 늘릴 수 있습니다. 이를 통해 인터페이스에 대한 전체적인 매트릭스 부하가 감소하기 때문에 드리프트가 감소하고, 시료 처리량을 크게 증가시킬 수 있습니다.

용출되지 않는 입자로 인해 예를 들면, nebulizer가 자주 막히는 경우 다음과 같은 조치를 취할 수 있습니다.

- 시료를 여과 또는 원심 분리하세요.
- 자동 시료 주입기 프로브 깊이를 설정하여 시험관 바닥과 멀리 떨어진 윗 부분의 시료를 취하도록 설정해 시험관 바닥에 있는 입자가 프로브로 흡입될 가능성을 최소화하세요.
- 사용 중인 nebulizer 유형을 더 큰 내부 직경을 가진 nebulizer로 변경해 시료 경로에서 막힘 문제가 발생할 가능성을 낮추세요.

세척 빈도는 분석하는 시료 유형과 시스템을 최적화하는 방법에 따라 달라집니다. 블랭크는 낮고 감도가 높으며 안정성이 좋은 시스템은 세척할 필요가 없습니다. 되려 이런 시스템은 정기적으로 세척하지 않는 것이 더 좋은 결과를 가집니다.

Agilent Captiva 시린지 필터

일회용 Captiva 필터는 높은 유속과 로딩 용량을 제공합니다. 응용 분야에 따라 다양한 멤브레인 타입과 공극 크기를 선택할 수 있습니다. 디스크 필터가 시린지에 꼭 들어맞기 때문에 용액을 시료 튜브로 바로 여과할 수 있습니다.

분광기 응용 분야에 필터를 사용할 것을 권장합니다.

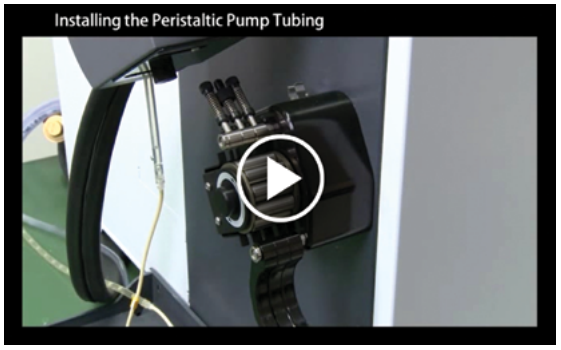
- Captiva Premium, 100/pk PTFE, 0.45um Pore, 15mm dia. (P/N 5190-5085) 또는 25mm dia. (P/N 5190-5087)
- Captiva Econofilters, 1000/pk PTFE, 0.45um Pore, 13mm dia. (P/N 5190-5266) 또는 25mm dia. (P/N 5190-5268)

자체 문제 해결 방법 학습

방법만 알면 많은 기기 문제를 해결할 수 있습니다. 사실, 사용자가 기본적인 문제해결을 수행할 수 있고 일상적인 세척 및 유지보수를 스스로 진행할 수 있다면 ICP-MS 서비스 요청[6]을 40% 이상 줄일 수 있습니다.

일반적으로 새 ICP-MS 사용자에게 일상적인 유지보수 작업에 대한 지침을 제공하지만, 어떤 작업을 우선시해야 하는지를 판단하지 못합니다. 일부 분석자는 매일 인터페이스 콘을 세척하거나 이를 모든 성능 문제에 대한 첫 번째 대응 조치로 여깁니다. 콘 세척으로 성능이 저하될 가능성은 낮지만, 세척하는 데 시간이 걸리고 혹은 불필요한 작업일 수 있습니다. 세척 (또는 새로운)콘을 장착한 후 콘 표면을 시료 매트릭스에 노출시켜 다시 컨디셔닝하는 데도 시간이 걸립니다. 이 시간 동안 신호의 안정성이 떨어질 수 있으므로 기존의 콘을 그대로 사용하면 시작 시간을 단축하고 안정성을 개선할 수 있습니다. 분석한 시료 수와을 고려하지 않는 일정을 따르는 것보다는 성능 유지가 필요할 때 유지보수를 수행하는 것이 유익합니다.

온라인 도움말, 교육 튜토리얼 및 시스템 문서와 같은 기술 자원이 기기와 함께 제공되며, 성능 유지 방법에 대한 지침을 제공합니다. 7850 ICP-MS 도움말 및 학습 센터에는 기기 성능을 유지하기 위한 일반적인 유지보수 작업 수행 방법을 보여주는 대화형 안내서와 비디오 튜토리얼이 포함되어 있습니다. 일반적인 문제를 직접 진단하고 해결할 수 있다는 것은 서비스 엔지니어를 불필요하게 기다리는 동안 기기는 유휴 상태가 아닌 작동 가능함을 의미합니다.



일상 작업용 동영상은 7850의 도움말 및 학습 센터에서 확인할 수 있습니다.

6. 애질런트 서비스는 서비스 요청 데이터를 기반으로 합니다.

Agilent 7850 ICP-MS

Agilent 7850 ICP-MS를 사용하여 ICP-MS 분석 워크플로의 일상적인 타임 트랩을 벗어나세요. 낭비되는 시간 없이 스마트한 방법으로 바쁜 직원들이 가치를 제공하는 업무에 집중할 수 있도록 합니다. 7850 기기는 최대 25%의 고형물이 함유된 시료를 처리할 수 있기 때문에 희석 타임 트랩이 감소합니다. 이 기기는 동중원소 및 2가 전하 이온의 간섭을 모두 제거하는 반 질량 보정 기능과 헬륨 (He) 모드 충돌 셀을 갖추고 있어 분석법 개발을 단순화하고 시간 낭비를 초래하는 시료 재측정의 일반적인 문제를 해결합니다.

자세한 정보: www.agilent.com/chem/7850icpms

추가 정보:

www.agilent.com/chem/

온라인 구매:

www.agilent.com/chem/store

귀하의 기술적 질문에 답해드리고 Agilent Community 리소스에 액세스할 수 있습니다.

community.agilent.com

미국 및 캐나다

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

유럽

info_agilent@agilent.com

아시아 태평양

inquiry_lsca@agilent.com

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

DE44236.3635416667

© Agilent Technologies, Inc. 2021
2021년 2월 10일 수요일, 한국에서 발행
5994-2895KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
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

Agilent

Trusted Answers