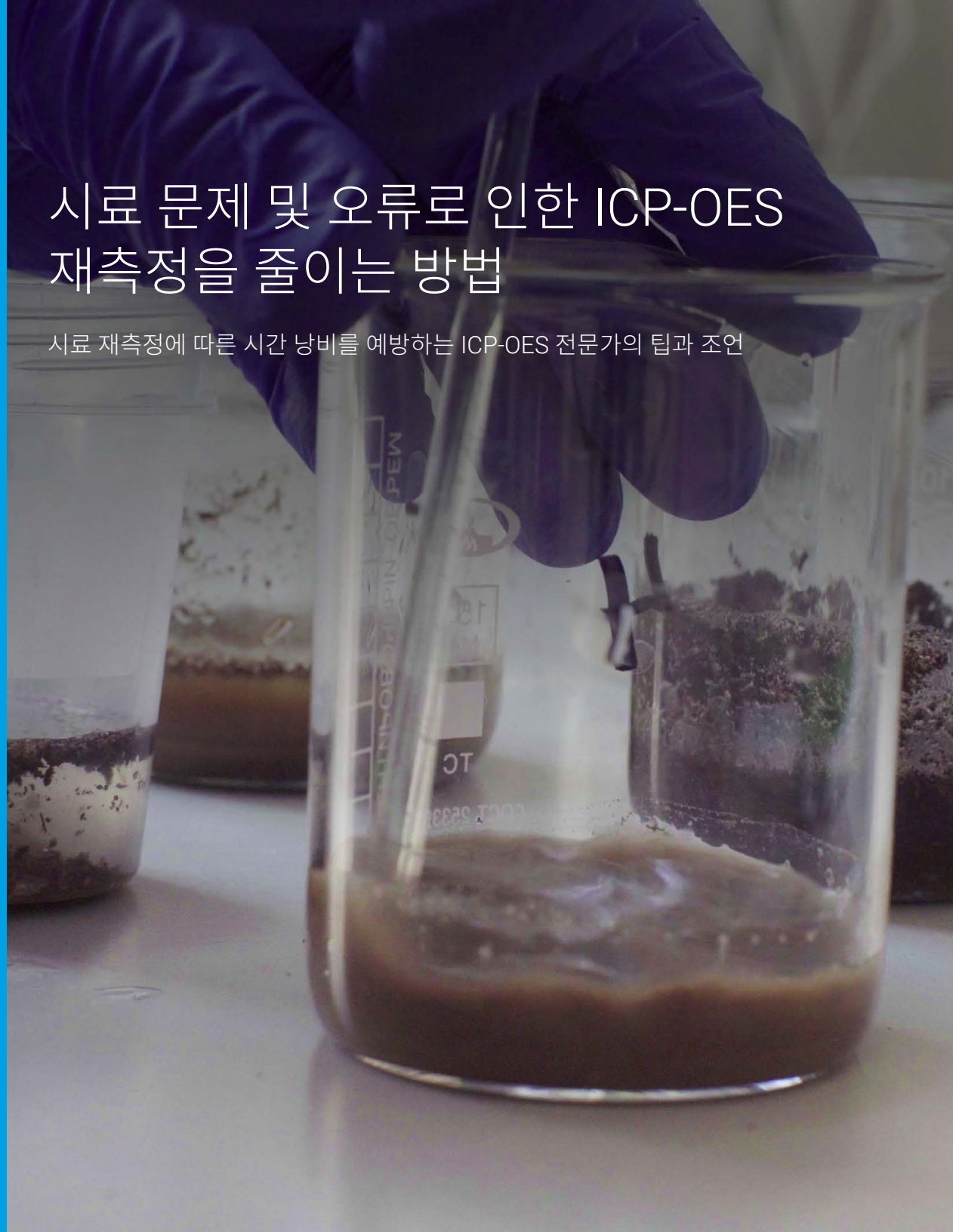


# 시료 문제 및 오류로 인한 ICP-OES 재측정을 줄이는 방법

시료 재측정에 따른 시간 낭비를 예방하는 ICP-OES 전문가의 팁과 조언



유도결합 플라즈마 광방출 분광기(ICP-OES)는 용액에 함유된 원소를 측정하는 진보된 기술입니다. ICP-OES는 광산, 식품, 농업, 에너지, 화학, 환경 모니터링 및 제약 산업에서 일반적으로 사용됩니다. 이 기법은 감도, 정확도 및 정밀도를 기반으로 다양한 시료 유형에 함유된 원소의 농도를 측정합니다. 폐기물 및 퇴적물 분석에서 먹는물 및 와인 분석에 이르기까지 ICP-OES는 신속하게 정확한 결과를 제공합니다.

ICP-OES는 애질런트가 제공하는 여러 가지 원자 분광기 기술 중 하나입니다. 원자 분광기는 1950년대에 발명되어 오늘날까지도 많은 실험실에서 사용되는 불꽃 원자 흡수 분광기 (FAAS)에서 출발했습니다. 유도 결합 플라즈마 질량 분석기(ICP-MS)는 이 시리즈의 최신 버전입니다. 이 기법은 고감도로 잘 알려져 있으며, ppt 레벨 원소를 측정할 수 있습니다.

간단한 Beer-Lambert 법칙이 모든 원자 분광기 기술에서 핵심적인 역할을 하지만, 대부분 경우에 정확하고 재현성 있는 결과를 얻으려면 어느 정도의 지식과 경험이 필요합니다. 기기가 날로 정교해짐에 따라 분석을 수행하는 데 필요한 전문 지식의 수준이 낮아질 수 있습니다.

현대의 자동차는 비슷한 발전 경로를 따랐습니다. 잠금 방지 브레이크 장치, 운전자 지원 기술 및 여러 가지 모니터링 시스템과 같은 기능은 운전자에게 필요한 지식과 기술의 수준을 낮췄습니다. 대부분의 사람들은 20세기처럼 길가에 자동차를 세워놓고 수리하는 데 필요한 공구함을 가지고 다니지 않습니다. 이와 마찬가지로 최신 ICP-OES 기기는 분석자들이 문제를 파악해 해결하는 데 도움이 되는 "스마트"한 기능을 다양하게 제공합니다. 따라서 분석자는 적시에 조치를 취할 수 있어 시료 재측정을 하지 않아도 됩니다.

ICP-OES 문제는 다음과 같이 세 가지 영역으로 분류됩니다.

1. 시료 특성에 의해 발생하는 문제
2. 시료 전처리 및 측정 과정에서 분석자의 실수로 인한 문제
3. 기기 고장으로 인해 발생하는 문제

이 e-book에서 Agilent Technologies의 ICP-OES 마케팅 매니저, Ross Ashdown 씨가 실험실에서 시료 관련 ICP-OES 문제를 극복할 수 있는 방법을 설명합니다. 일반적인 품질 관리 방법과 ICP-OES 기기의 발전을 활용해 시료 재측정을 피하고 확신할 수 있는 정확한 답을 한번에 얻을 수 있습니다.

Q:

실험실에서 ICP-OES로 시료를 분석할 때 일반적으로 발생하는 문제는 무엇입니까?

A:

원자 분광기 기술과 관련해 많은 문제가 발생합니다. 이러한 문제들은 검량 표준물질을 전처리할 때의 실수부터 시료 뒤섞임 및 시료 내 분석물질 농도가 검량 범위보다 높은 경우까지 매우 다양합니다. 그리고 간섭 문제가 있습니다. 모든 ICP-OES 분석에서 특히 문제가 되는 간섭은 스펙트럼 간섭입니다.



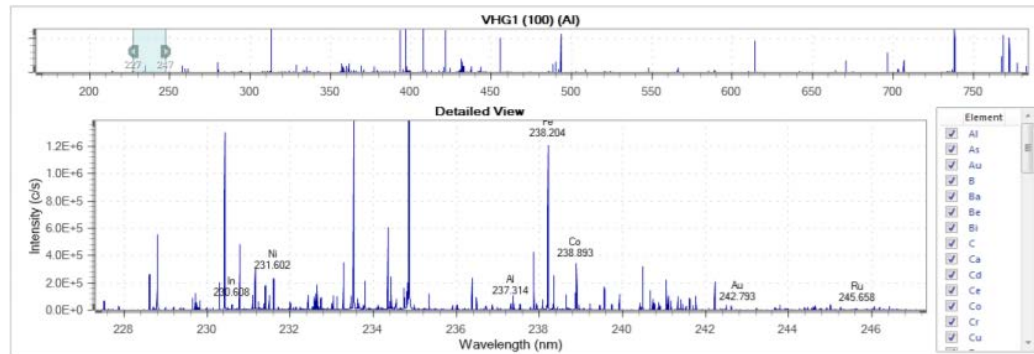
Q:

스펙트럼 간섭에 대해 좀 더 자세하게 설명해 주시겠습니까?

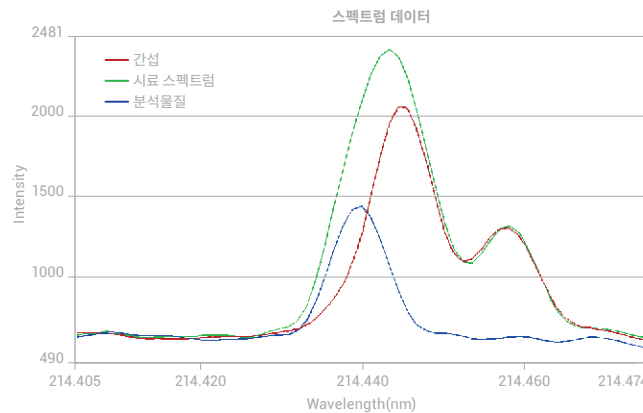
A:

UV-Vis 파장 범위에는 수많은 원소 방출선이 있습니다. 이러한 방출선은 원자 또는 이온이 들뜬 상태에서 바닥 상태로 돌아갈 때 생성됩니다. 시료에 함유된 다양한 원소의 방출이 파장이 서로 밀집된 상태에서 이루어지는 경우도 있습니다.

시료에 함유되어 있는지 몰랐던 원소나 높은 농도로 존재하는 원소로 인해 관심 분석물질의 결과가 올바르게 나오지 않게 높게 나올 수 있습니다. 옆의 다이어그램은 이러한 현상을 보여주는 예입니다.



UV-Vis의 파장 범위(약 160 ~ 800nm)에는 수만 개의 원소 방출선이 있습니다. 225 ~ 250nm 사이의 단 25nm에 불과한 영역에 표시되는 방출선을 확인할 수 있습니다.



이 다이어그램은 스펙트럼 간섭이 어떻게 발생하는지를 보여줍니다. 관심 분석물질(파란색으로 표시)의 방출선은 다른 원소(빨간색으로 표시)의 방출선과 매우 가깝습니다. 결합 신호(녹색으로 표시)는 관심 분석물질의 측정된 방출선을 의미합니다. 이로 인해 해당 원소에 대해 보고되는 결과가 올바르게 나오지 않게 높게 나옵니다.

## 사례 연구

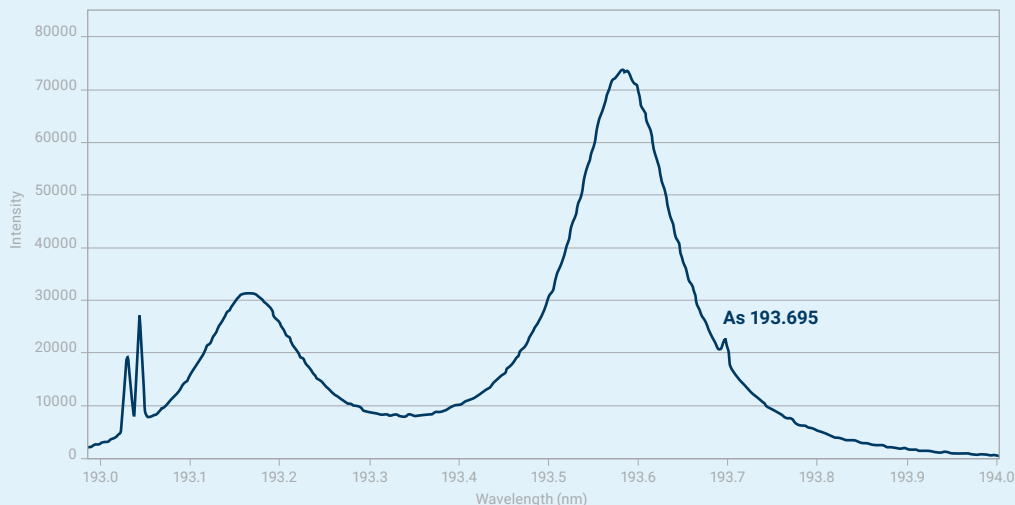
EPA 기술표준사무국 보고서<sup>1</sup>에 따르면, ICP-OES를 사용해 보고한 환경 데이터의 비소 위양성 비율이 25 ~ 50%에 이르는 것으로 추정합니다. 이러한 문제는 아직도 충분한 관심을 받지 못하고 있으며, 환경 공동체에서 널리 알려져 있지 않습니다.

US EPA 기술표준사무국에 따르면, 실험실에서 환경 시료에서 탈륨을 측정할 때 올바르게 않은 높은 결과를 보고할 가능성이 거의 100%입니다. 비소의 경우 25 ~ 50%입니다.

위양성 편향 문제가 있는 데이터를 바탕으로 한 의사 결정은 높은 비용이 수반되는 불필요한 대응 조치로 이어질 수 있습니다.

상대적으로 약한 비소의 방출선(파장)이 알루미늄의 강한 여러 방출선 중 하나의 근처에 위치하거나 겹치기 때문에 ICP-OES를 사용한 비소 결과에 편향 문제가 나타날 수 있습니다. US EPA 분석법 6010은 As193.696nm 방출선을 권장하지만, 알루미늄의 광범위하고

겹치는 "자동 이온화"(또는 2 전자성 재결합) 이중항은 기본 배경 신호에 큰 영향을 미칩니다. 이렇게 배경 신호가 증가하면, 결과적으로 높은 농도의 알루미늄이 함유된 시료에서 비소의 검출 가능성이 감소합니다. 아래 이미지는 2mg/L 비소 시료의 193.696nm 방출선이 5000mg/L의 알루미늄이 함유된 용액에서 거의 보이지 않는다는 점을 보여줍니다.



1. United States Environmental Protection Agency (US EPA). (2001a). OTS Alert #2, Use of the ICP analytical method (CLP SOW ILM04.1, SW-846 6010, MCAWW 200.7) for drinking water samples may result in false-positive detections of arsenic, lead, and/or thallium above their respective MCLs. Office of Technical Standards. Washington, DC.

Q:

스펙트럼 간섭을 극복해 시료에 대해 올바른 답변을 얻는 방법은 무엇입니까?

A:

분석자가 스펙트럼 간섭 문제가 있다는 것을 알고 있거나 의심한다면, 첫 번째로 사용할 수 있는 간단한 전략은 각 원소에 대한 여러 방출선을 측정하는 것입니다.

다른 방출선을 사용하고 간섭을 피하는 것이 복잡한 매트릭스 시료에서 스펙트럼 간섭을 극복하는 한 가지 방법입니다. 동일한 원소의 여러 방출선이 서로 간섭하는 경우는 매우 드물기 때문에 동일한 결과에 여러 방출선이 나타나는 경우 이상치를 제외하고 최고의 분석 결과를 제공하는 남은 방출선 중에서 결과를 선택하십시오.

하지만 어떻게 대규모의 복잡한 데이터 세트에서 스펙트럼 중첩 부분을 찾아낼 수 있을까요?

"Agilent 5800 및 5900 ICP-OES는 ICP Expert에 프로그래밍된 데이터 분석을 사용해 경험이 풍부한 분석자가 스펙트럼 간섭을 파악하기 위해 수행하는 작업을 수행합니다."

Agilent 5800 및 5900 ICP-OES에는 IntelliQuant라고 불리는 기능이 있습니다. 이는 전체 파장 범위에서 시료의 모든 방출을 수집합니다. 이 기능은 경험이 풍부한 분석자의 작업을 모의하여 데이터를 분석하여 스펙트럼 간섭을 파악합니다.

하나의 원소에 대해 여러 가지 파장을 사용하는 경우 %RSD 임계값을 설정할 수 있습니다. 파장에 대한 결과가 임계값을 초과하면 분석자에게 이를 알립니다. 그러면 분석자는 IntelliQuant 별점 등급을 사용해 해당 파장에 간섭이 있는지 확인할 수 있습니다.

IntelliQuant는 분석물질 신호에 대한 간섭 신호의 크기와 근접성을 바탕으로 각 방출선의 성능 순위를 자동으로 결정하기 때문에 분석자가 보다 정확한 결과를 더 쉽게 보고할 수 있습니다.

규제 대상 또는 검증된 분석법의 경우, 분석자가 스펙트럼 간섭이 있다는 사실을 알고 있으면 용액 전처리와 IEC(Inter Element Correction) 계수를 통해 간섭을 보정할 수 있습니다. 또는, 스펙트럼 디콘볼루션 모델을 사용해 간섭 원소가 미치는 영향을 제거할 수 있습니다.



Element	Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
As		✓	188.980	★★★★★	283.68	6054.4	11094.8
			193.696	★	150.49	2685.5	60215.4
			197.198	★	147.93	2780.4	15929.1
			228.812	★	197.55	1659.7	2916.2
			234.984	★	144.97	3122.3	5965.1
			200.334	★	271.94	1674.9	24115.1
			198.971	★	236.05	1170.7	18294.9
			278.022	★	75.87	684.1	12687.4
			175.800	★	276.80	112.1	1368.3
			180.554	★	147.58	112.8	1899.6

IntelliQuant는 각 파장의 결과에 대해 별표 등급을 매깁니다. 따라서 분석법을 보고하거나 조정하는 데 사용할 최고의 파장을 쉽게 선택할 수 있습니다. 이 사례의 경우 As의 193.696nm 방출선이 AL의 간섭을 받기 때문에 IntelliQuant가 188.980nm 방출선에 가장 높은 등급을 매겼습니다.

Q:

검량 문제는 어떻습니까?  
실험실에서 일반적으로 발생하는 문제는 무엇입니까?

A:

검량 문제는 분석 오류의 일반적인 원인입니다. 분석자들이 결과가 잘못된 이유를 알아내려고 애쓰다가 결국에는 표준물질 전처리 과정에서의 오류와 같은 간단한 실수로 인해 문제가 발생했다는 점을 깨닫게 되는 경우가 많습니다. 검량 범위에서 벗어난 피펫이 문제일 수도 있고 실수로 저장액을 잘못 골랐을 수도 있습니다.

검량 오류를 줄이는 데 있어서는 인위적인 오류를 방지하는 것이 최선입니다. 분석자가 수행할 작업을 자동화하는 것, 즉, 자동회식기를 이용하여 검량 표준물질을 준비할 수 있습니다. 다원소 표준물질은 직접 제조하는 것보다 구매하는 것이 좋습니다. 실수가 없는지 과정을 자세히 검토하십시오. 일본 *Poka-yoke*<sup>3</sup> 접근법이 이러한 목적에 부합합니다. 최종 과정을 기록하고 거기에 맞춰 분석자들을 교육하십시오.

US EPA와 같은 규제 당국은 우수한 분석 관행을 권장하고 있으며, 이러한 분석법은 검량 오류를 찾는 데 도움이 되는 품질 관리(QC)를 기본으로 제공합니다.

예를 들어, US EPA 분석법에는 초기 검량 검증(ICV) 테스트와 지속적인 검량 검증(CCV) 테스트가 모두 포함되어 있습니다. 이러한 테스트를 사용해 검량의 유효성을 확인합니다. 최신 기기는 이러한 테스트를 바탕으로 하는 분석법을 설정하도록 지원합니다. 규제되지 않은 분석법에 대한 이러한 품질 관리 측정법을 적용해 검량 품질을 보장하십시오.

검량 품질을 측정하는 간단한 방법은 상관 계수, R 값을 측정하는 것입니다. R은 검량의 직선성을 측정하는 것입니다. R 값은 일반적으로 기기 소프트웨어에서 계산되어 검량선으로 표시됩니다. 검량 품질을 더 잘 나타내는 것은 % 상대표준오차(%RSE)입니다. 대규모 위탁 실험실의 경우 분석자들에게 해당 검량의 적합성을 제시하기 위해 이러한 값에 한계값을 설정하는 것이 일반적입니다. 새로운 Agilent 5800 및 5900 ICP-OES 기기의 소프트웨어 내에서 이러한 경고 임계값을 설정할 수 있습니다.

분광기를 다루는 실험실 발행물 또한 유용한 정보를 제공합니다. 이러한 발행물은 검량 오류를 제거하는 데 도움을 줄 수 있는 기기 및 기법에 대한 최신 정보를 제공합니다. AOAC Official Methods of Analysis 및 ASTM 분석법 또한 유용한 정보를 제공합니다.

ICP-OES 분석에서 유용한 팁은 원소에 대해 덜 민감한 파장을 사용해 검량선의 직선성 범위를 확대하는 것입니다. 또는, 양방향 관측 ICP-OES의 Radial(측면) 관측을 사용해 동일한 결과를 얻을 수도 있습니다. 애질런트 기기는 (IntelliQuant 기능을 사용해 결정된) 시료의 내용물에 따라 최고의 파장을 자동으로 제시합니다. 이러한 접근방식은 검량 범위를 초과하는 결과로 인한 시간을 낭비시키는 시료 재측정을 예방하는 데 도움이 됩니다.



다원소 표준물질은 표준물질 전처리 과정에서의 오류를 감소시킬 수 있습니다. 애질런트는 다양한 다원소 표준물질을 제공하고 있습니다.

[www.agilent.com/en/product/chemical-standards](http://www.agilent.com/en/product/chemical-standards)

3. M. Dudek-Burlikowska, D. Szwieczek, *The Poka-Yoke method as an improving quality tool of operations in the process*, J. Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2001, 36, 2001, pp 95-102

Q:

요즘에도 오염이 실험실에서 문제가 되고 있습니까?

A:

그렇습니다. 원소 분석에서 오염이 여전히 문제를 일으키고 있습니다. ICP-MS와 같은 민감한 기법에서 오염이 더 많이 문제가 된다는 점은 확실하지만, 오염은 ICP-OES에도 영향을 미치고 있습니다. 오염의 원인은 다양합니다.

특히, 시료에 함유된 분석물질을 극미량 수준으로 측정하고자 하는 경우 올바르게 않은 실험실 관행이 오염 문제의 원인이 될 수 있습니다. 예를 들어, 마이크로웨이브 용기에서 산분해를 수행할 수 있습니다. 앞의 시료 사용 후 마이크로웨이브 용기를 철저히 세척하지 않으면, 교차 오염이 발생해 다음 시료를 오염시킬 수 있습니다.

시료의 전처리 blank를 포함해 불충분한 세척으로 인한 오염을 검출할 수 있습니다. 전처리 blank는 시료와 동일한 시료 전처리 과정을 거친 blank 용액입니다. 전처리 blank에 대한 QC 임계값을 설정하는 방식으로 분석 중에 오염이 감지되면 해당 오염에 플래그가 지정됩니다.

"시료 배치의 고 매트릭스 시료로 인해 다음 시료가 오염될 수 있습니다. 특히, 붕소, 몰리브덴 또는 텅스텐처럼 흡착성이 높거나 "끈적거리는" 원소의 교차 오염이 발생하는 경우에 그러합니다."

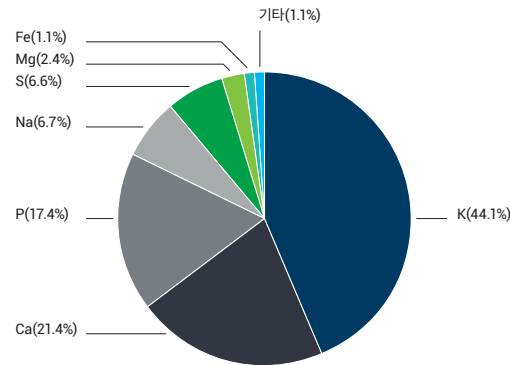
이전에 분석한 시료에 의해서도 오염이 발생할 수 있습니다. 시료 배치의 고 매트릭스 시료로 인해 다음 시료가 오염될 수 있습니다. 특히, 붕소, 몰리브덴 또는 텅스텐처럼 흡착성이 높거나 "끈적거리는" 원소의 교차 오염이 발생하는 경우에 그러합니다. 이러한 원소는 시료 주입 시스템의 부품에 흡착될 수 있습니다. 이러한 상황으로 인해 다음 시료 결과에 오류가 발생할 수 있습니다.

ICP-OES 기기는 시료 간 오염 문제를 해결할 수 있는 방법을 제공합니다. 일부는 세척 주기 동안 신호를 모니터링하는 자동화된 세척 기능을 제공합니다. Agilent 5800 및 5900 ICP-OES 기기에는 신호가 설정한 임계값 이하로 떨어질 때까지 자동으로 세척 용액을 공급하는 Intelligent Rinse 기능이 포함되어 있습니다.

이중 세척 스테이션을 사용하는 것도 끈적거리는 원소로 인한 오염을 방지하는 데 도움이 됩니다. 한 가지 세척 용액은 시료 주입 시스템에서 끈적거리는 원소를 제거하는 강산 또는 착화제입니다. 두 번째 세척 용액에는 분석 대상 시료와 동일한 매트릭스가 포함되어 있어야 합니다. 스위칭 밸브는 시료 주입 시스템이 시료 매트릭스에 노출되는 것을 최소화해 도움을 줄 수 있습니다.

시료에 대해 전혀 모르는 경우 고속 스캔을 수행해 시료에 함유된 원소가 무엇인지, 원소의 농도가 얼마인지 확인하는 것이 좋습니다.

Agilent 5800 및 5900 기기의 IntelliQuant Screening 기능은 용액에 함유된 70개 이상의 원소 빠르게 확인하고 정량할 수 있게 합니다. 시료당 15초면 충분하고 시료에서 호환되지 않는 원소를 찾을 수도 있습니다. 이러한 정보를 바탕으로 분석법을 변경해 부적합성 문제를 해결할 수 있습니다. 이는 시료를 전처리하고 재측정하느라 낭비되는 시간을 절약해 줄 것입니다.



Agilent ICP-OES 기기의 IntelliQuant Screen 기능은 5초만에 시료에 함유된 원소의 상대 농도를 확인할 수 있습니다.

Q:

앞에서 시료 전처리 과정에서의 실수가 오류의 원인이 된다고 하셨습니다. 이 문제는 어떻게 해결할 수 있습니까?

A:

구입한 인증표준물질(CRM)은 시료 전처리(및 뒤섞임) 문제를 다루는 데 매우 중요합니다. CRM의 공급업체는 매우 많으며 이들은 다양한 매트릭스 유형의 CRM을 제공합니다. 대부분의 경우 분석 대상 시료의 매트릭스와 비슷한 매트릭스를 찾을 수 있습니다. 예를 들어, 토마토 잎 표준물질은 다양한 식물에 사용할 수 있습니다. 매트릭스가 비슷하기 때문입니다.

표준물질은 시료와 완전히 동일한 시료 전처리 과정을 거쳐야 합니다. 각 원소에 대해 인증된 결과와 일치하는 결과가 나오면 시료 전처리 과정이 우수하고 결과가 정확함을 알 수 있습니다.



인증표준물질을 사용하는 두 번째 이점은 검량의 품질을 확인할 수 있다는 점입니다. CRM에 대한 결과가 올바르면 검량을 신뢰할 수 있습니다.

시료를 재측정해야 하는 가장 큰 이유 중 하나는 산분해 과정에 오류가 있기 때문입니다. 이 상황에서는 누군가가 한 가지 산을 넣는 것을 잊거나 잘못된 산을 넣을 수 있습니다. 기술인원의 업무가 분주할 때 저지르는 일반적인 실수입니다.

*"시료를 재측정해야 하는 공통된 이유는 시료 분해 과정에서의 실수입니다. 업무가 분주한 기술인원이 산을 추가하는 것을 잊거나 잘못된 산을 추가했을 수 있습니다. 많은 시료를 재측정하기 전에 이러한 실수를 찾아낼 수 있는 쉬운 방법이 있습니다."*

이러한 실수를 찾아내는 데 유익한 팁은 시료 전처리 절차가 올바르게 수행되었다면 존재해야 하는 원소를 모니터링하는 것입니다. 예를 들어, 염산을 추가해야 하는데, 추가하지 않은 경우 시료의 염소 함량을 모니터링하십시오. 인산의 경우에는 인을, 질산의 경우에는 질소를 모니터링하면 됩니다. 이러한 원소가 결과에 나타나지 않거나 원소 농도가 충분히 높지 않다면 산분해 과정에서 누군가 해당 산을 추가하는 것을 잊었다는 사실을 알 수 있습니다. 다시 말하지만, IntelliQuant 기능은 시료 전처리 실수를 찾아내는 데 매우 유용합니다. 시료에서 약 70가지의 원소 농도를 측정할 수 있습니다. 각 시료에 따라 생성되는 색상 표시 주기율표를 빠르게 살펴보고 분해 과정에서 산에 의해 생성되어야 하는 원소가 있는지 확인할 수 있습니다. 일상 분석에서 분석 시작 시 전처리 blank 용액에 대해 이러한 절차를 수행하는 경우 조기 경고 시스템이 될 수 있습니다. 염소나 황 또는 산분해로 인해 존재해야 하는 원소가 없다면 잘못 전처리된 시료를 분석하는라 귀중한 시간을 모두 낭비하기 전에 분석을 중단할 수 있습니다.

H																	He	
Li (29.2)	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na (10.2)	Mg (65.0)											Al (147.7)	Si (11.0)	P (14.9)	S (104.2)	Cl	Ar	
K (72.9)	Ca (34.3)	Sc	Ti (15.2)	V (0.6)	Cr (0.2)	Mn	Fe (645.1)	Co	Ni	Cu (48.5)	Zn (55.9)	Ga	Ge	As (24.2)	Se	Br	Kr	
Rb	Sr (0.8)	Y (0.2)	Zr (0.3)	Nb	Mo (0.1)	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd (0.2)	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba (10.5)	La (0.3)	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg (0.1)	Tl	Pb (93.0)	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

이런! 누군가가 시료를 분해할 때 HCl 산을 추가하는 것을 잊어버렸습니다. IntelliQuant 기능은 시료에서 최대 70개 원소를 확인해 열 지도로 원소의 상대 농도를 표시합니다. 빨간색으로 표시된 원소는 농도가 높은 원소이고, 주황색으로 표시된 원소는 농도가 중간 범위에 포함되는 원소이고, 노란색으로 표시된 원소는 농도가 낮은 원소입니다. 색상이 없는 원소는 시료에서 검출 불가능한 원소들입니다. 여기서는 염소(Cl)가 누락되어 시료 전처리 중에 염산(HCl)이 사용되지 않았음을 보여줍니다.

IntelliQuant 기능은 시료 화학 반응 문제를 해결하는 데도 사용할 수 있습니다. 예를 들어, 시료에 높은 농도의 황이 함유되어 있는 경우 납과 바륨이 용액에서 모두 침전될 수 있습니다. 시료 분해를 위해 사용한 황산으로 인해 황이 유입됩니다. 침전물이 용기 하단에 고이고 플라즈마로 흡입되지 않습니다. 이러한 상황이 발생하면 두 가지 원소의 측정 결과가 낮게 나옵니다. 인증표준물질 시료에서 납 및 바륨의 회수율이 낮은 경우 IntelliQuant 기능을 사용해 문제를 해결할 수 있습니다. 황의 농도는 높고 납과 바륨의 농도는 낮다면, 문제가 있는 것입니다.

표준물질 공급업체는 화학적 비호환성에 대한 많은 정보를 제공합니다. 분석법 개발 과정 또는 결과와 관련된 문제를 해결하는 데 이러한 정보를 사용할 수 있습니다.



Periodic Table		Details		Graph(Pie)		Graph(Bar)											
Ba and Pb 1 ppm H2SO4 1%																	
H																	He
Li	Be									B	C	N	O	F		Ne	
Na	Mg									Al	Si	P	S (>1000)	Cl		Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba (0.8)	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb (0.7)	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	

황의 농도가 높으면 황산바륨과 황산납을 침전시키기 때문에 Ba 및 Pb에 대한 결과가 올바르게 나오지 않게 매우 낮습니다.

Q:

시료가 뒤섞이는 문제는 어떻습니까?  
이러한 문제를 어떻게 예방할 수 있습니까?

A:

시료가 뒤섞이는 일반적인 원인은 자동 시료 주입기 랙에 시료를 올릴 때 시료가 뒤섞이기 때문입니다. 자동 시료 주입기에 시료 랙을 올려놓을 때에도 뒤섞이는 문제가 있을 수 있습니다.

시료 바코드 시스템을 사용해 시료가 뒤섞이는 문제를 최소화할 수 있습니다. 시료 전처리를 시작할 때 시료 테스트 튜브에 바코드를 부착하고 시료 전처리부터 분석까지 동일한 테스트 튜브를 사용해 시료가 뒤섞이는 문제를 최소화할 수 있습니다. Agilent ICP Expert 소프트웨어는 바코드 판독기와 호환됩니다. 이는 시료를 재측정하게 하는 시료 뒤섞임 문제를 줄이는데 도움을 줍니다. 분석에서 QC 용액과 시료 복제본을 사용하는 것도 도움이 됩니다.

일부 실험실에서는 자동 시료 주입기에서 사용하는 것과 동일한 튜브에서 시료 분해를 하기 시작했습니다. 이러한 실험실에서는 마이크로웨이브 시료전처리 장비 또는 고온 블록 시료 분해 시스템을 사용해 시료 분해가 진행된 튜브를 자동 시료 주입기 랙으로 바로 전송합니다. 이를 통해 시료 전달 단계가 생략되어 시료가 뒤섞일 가능성이 감소합니다. 분해 튜브에 바코드가 부착되어 있는 경우 해당 튜브를 자동 시료 주입기 랙으로 바로 전송해 시료를 배치에 자동으로 추가할 수 있습니다.



Q:

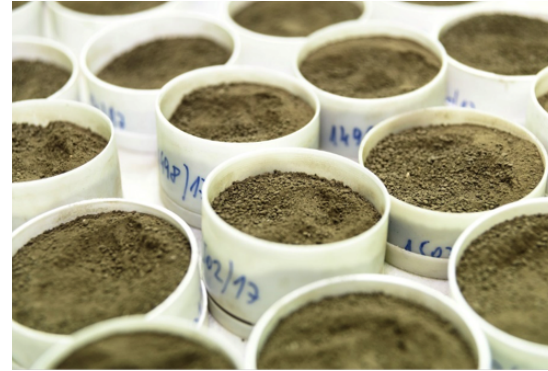
고 매트릭스 시료는 오랫동안 대부분의 원자 기법을 사용해 분석하는 데 어려움이 있었습니다. 이러한 분석을 쉽게 만드는 혁신은 무엇입니까?

A:

분석자들은 시료에 함유된 원소의 회수율을 극미량 수준으로 얻기 위해서 다량의 시료를 분해해야 하는 경우가 많을 것입니다. 식품 시료의 극미량 수은이나 광물 시료의 극미량 금이 이러한 경우의 좋은 예입니다. 이러한 접근방식으로 인해 시료 내 용존 고형물 총량이 20%가 넘을 수 있습니다. 이러한 용존 고형물은 시료 주입 시스템과 ICP-OES 토치에 축적되어 막힘을 유발할 수 있기 때문에 매우 부정적인 영향을 미칩니다.

이러한 고 매트릭스 시료 분석에 도움을 주는 ICP-OES 기기의 가장 큰 변화 중 하나가 수직형 토치입니다. 수평형 토치는 고 매트릭스 시료를 흡입할 때 염이 축적되어 이러한 문제가 빨리 발생합니다. 수직형 토치는 이러한 문제에서 조금 더 자유롭습니다.

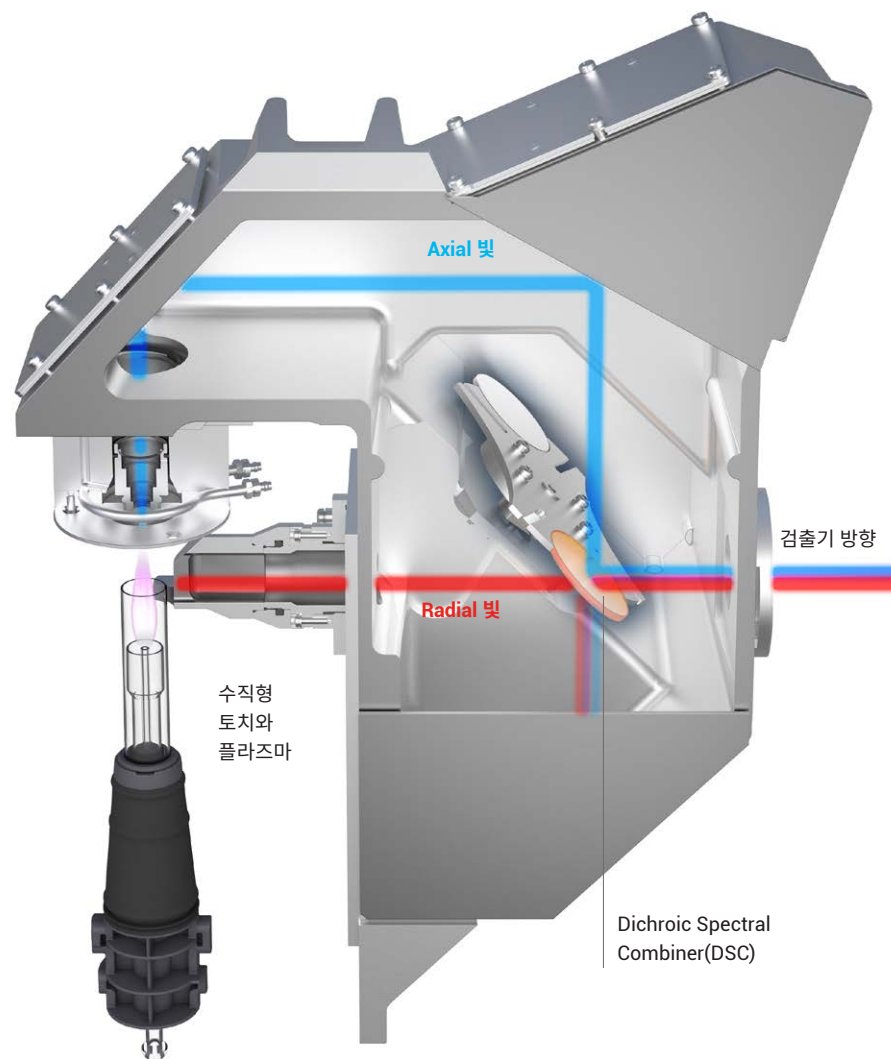
대부분의 ICP-OES는 현재 양방향 관측 설계를 적용하고 있습니다. 분석 대상 원소 유형에 따라 토치의 Axial 관측 또는 Radial 관측 중에서 원하는 모드를 선택할 수 있습니다. Axial 관측은 플라즈마의 길이를 따라 내려다 보면서 빛을 받아들입니다. Radial 관측은 플라즈마의 측면에서 빛을 받아들입니다. Radial 관측은 많은 빛을 방출하거나 높은 농도로 존재할 수 있는 원소를 분석할 때 가장 유용합니다. 반대로 Axial 관측은 빛 방출량이 낮은 원소나 극미량 수준의 원소에서 방출되는 대부분 빛을 받아들입니다. 문제는 분석 중에 관측 모드를 전환하면 분석 시간을 낭비한다는 것입니다. 애질런트는 스마트한 광학 설계를 통해 이러한 문제를 해결했습니다. 5100 기기에 처음 도입되었고 현재는 5900 기기에 사용되고 있습니다.



"이러한 고 매트릭스 시료 분석에 도움을 주는 ICP-OES 기기의 가장 큰 변화는 수직형 토치로 Radial 관측 또는 Axial 관측 옵션을 제공합니다. 수평형 토치는 고 매트릭스 시료를 흡입할 때 염이 축적되는 문제가 빨리 발생합니다. 수직형 토치는 이러한 문제에서 조금 더 자유롭습니다."

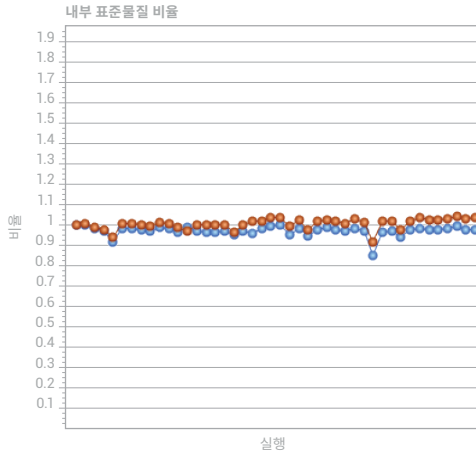
애질런트는 Dichroic Spectral Combiner(DSC)라고 불리는 특수한 광학 부품을 개발했습니다. 5110 기기에 사용되었으며, 현재 5900 기기의 표준 구성입니다. 이 부품은 토치의 Axial 관측과 Radial 관측 모두에서 동시에 빛을 받아들일 수 있습니다(옆의 그림 참조). 분석을 설정할 때 기기가 자동으로 선택한 각 원소에 대해 사용할 플라즈마 관측 모드를 선택합니다. 예를 들어, 마그네슘과 붕소의 극미량 분석뿐만 아니라 칼륨 및 나트륨과 같은 고농도 원소를 분석하는 것입니다. 농업 시료에서 자주 분석되는 항목입니다. 5900 기기는 칼륨 및 나트륨 분석에는 Radial 관측을, 극미량 원소에는 Axial 관측을 자동으로 선택합니다.

Agilent IntelliQuant Screening 기능 또한 이러한 상황에서 유용합니다. 이 기능을 사용하면 시료를 빠르게 스크리닝함으로써 시료에 함유된 원소와 원소 비율을 확인할 수 있습니다. 그 다음에 분석법을 조정하거나 시료를 희석해 시료 농도가 검량 범위보다 높은 문제를 해결할 수 있습니다.



Agilent 5900 Agilent ICP-OES 기기에는 이 그림에서 주황색으로 표시된 Dichroic Spectral Combiner(DSC)라고 불리는 특수한 광학 부품이 설치되어 있습니다. 이 부품은 Axial 및 Radial 플라즈마 관측 모두에서의 방출을 동시에 측정할 수 있습니다. 이러한 접근방식은 각 관측을 따로 측정하는 방법에 비해 시간을 크게 절약할 수 있습니다.

"내부 표준물질 병을 채우는 것을 잊으면 내부 표준물질 모니터가 이 문제를 표시합니다."



그래픽 디스플레이를 통해 모든 내부 표준물질을 모니터링함으로써 시료 상태를 빠르게 파악할 수 있습니다. 이 예에서는 분석 중인 2가지 내부 표준물질(빨간색 선 = Sc, 파란색 선 = Y)을 모니터링합니다. 추세선이 비율 1 이하로 떨어지는 것은 신호 억제의 가능성이 있으므로 해당 시료에 대한 내부 표준물질 보정이 필요하다는 점을 작업자에게 알려주는 것입니다.

고 매트릭스 시료의 경우 내부 표준물질을 사용하는 것이 일반적입니다. 특히, 검량 표준물질의 매트릭스가 시료와 일치하지 않는 경우에 그러합니다. 소프트웨어가 내부 표준물질의 결과를 모니터링해 고 매트릭스 시료로 인한 신호 억제에 따른 시료 결과를 자동으로 보정합니다.

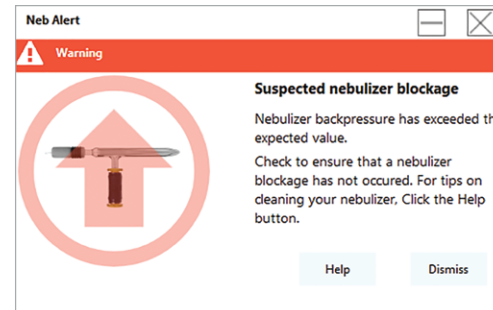
Agilent 5800 및 5900 기기에는 분석 과정에서 내부 표준물질 방출의 동향을 모니터링하고

표시하는 기능이 있습니다. 내부 표준물질의 방출이 감소하는 것을 확인할 수 있으면 신호가 고 매트릭스 시료에 의해 억제되고 있다는 점을 알 수 있습니다. 자동화된 내부 표준물질 보정 기능을 사용하거나 시료를 희석해 억제를 줄이는 방법을 선택할 수 있습니다.

내부 표준물질 모니터는 한 번에 여러 작업을 수행해야 하는 바쁜 분석자들에게 매우 유용한 기능입니다. 바쁘고 스트레스가 심한 환경에서는 업무의 세세한 부분까지 살피기가 쉽지 않습니다. 내부 표준물질 병을 채우는 것을 잊었을 수 있습니다. 내부 표준물질이 떨어지면 내부 표준물질 모니터에 강하가 표시됩니다.

애질런트는 OCF(Outlier Conditional Formatting)라고 불리는 다른 기능도 도입했습니다. 이 기능을 사용해 내부 표준물질 결과에 대한 임계값을 설정할 수 있는데, 이러한 경우 임계값을 벗어나는 결과에 즉시 플래그가 지정됩니다.

고 매트릭스 시료는 결정형 입자가 시료 주입 시스템의 부품에 증착되는 문제를 일으킬 수 있습니다. 이러한 결정이 점차 쌓여 막힘을 조성하여 분석 신호를 감소시킵니다. 분무기가 막히면 ICP-OES 오류가 발생하고 시료를 재측정해야 합니다. Agilent 5800 및 5900 기기의 Neb Alert 기능은 스마트 센서를 활용해 분무기 아르고 압력을 모니터링합니다. 분무기가 막힌 경우 분석자에게 알려줍니다. 분무기 가스 라인에서 유출이 발생한 경우에도 알려줍니다.



애질런트는 조기 유지보수 피드백(EMF)이라고 불리는 새로운 기술을 적용한 스마트한 기능을 Agilent 5800 및 5900 기기에 도입하였습니다. 이러한 기능을 사용해 기기 사용 기반 지표에 따른 경고를 설정할 수 있습니다.

이러한 기능을 사용해 다음 경우에 분석자에게 경보가 전달되도록 설정할 수 있습니다.

- 토치, 스프레이 챔버, 분무기를 세척해야 할 때
- 펌프 튜브를 교체해야 할 때
- Pre-optics window를 세척/교체해야 할 때
- 스위칭 밸브를 세척해야 할 때
- 파장 검량을 수행해야 할 때

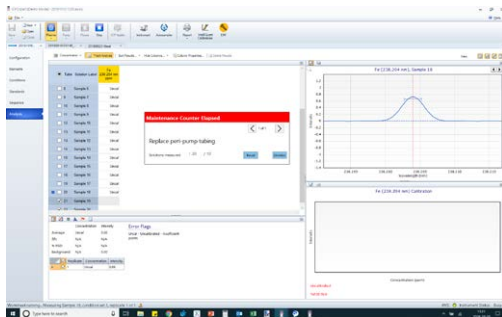
이러한 경보는 설정 시간 간격이 아니라 사용에 기반하여 가동되기 때문에 유지보수 일정을 최적화할 수 있습니다.

Q:

실험실에서 시간을 절약하기 위해 최신 기기에 기본 제공되는 모니터링이 어떤 역할을 합니까?

A:

대부분의 실험실에서는 QC 고장 발생률을 줄이기 위해 시간 계획표에 따라 기기 세척 및 유지보수를 수행합니다. 하지만, 시료 처리량이 가변적인 실험실의 경우 이는 일주일에 단 100개의 시료를 측정 후 세척해야 함을 의미할 수 있습니다. 다량의 시료를 처리하는 실험실의 경우 일주일에 5,000개의 시료를 측정 후 세척해야 함을 의미할 수 있습니다. 자동차 서비스처럼 사용에 기반해 유지보수 일정을 정하는 것이 훨씬 더 낫습니다.



5800 및 5900 ICP-OES 기기는 스마트 기기 상태 추적 기능을 갖추었습니다. 임계값으로 설정한 시료의 개수를 기반으로 유지보수를 수행해야 할 시기를 알려줍니다.



Q:

검량 범위를 벗어나는 시료는 오랫동안 문제가 되었습니다. 이러한 문제를 해결하는 데 도움이 되는 새로운 기능이 있습니까?

A:

일반적으로 분석자들은 범위를 초과하는 시료를 희석해 다시 분석해야 했습니다. 이는 알 수 없거나 일반적이지 않은 많은 시료를 분석할 때 시료 희석과 재분석에 많은 시간이 낭비되었음을 의미합니다.

최신 ICP-OES 기기를 사용할 경우 일반적으로 측정 대상 원소에 대한 여러 방출선을 선택할 수 있으며, 앞에서 언급한 것처럼, 이는 모든 분석법에 유익합니다. 관심 방출선이 포화 상태인 경우 해당 분석물질에 대해 덜 민감한 방출선으로 변경할 수 있습니다. 이렇게 하면 시료를 희석하지 않아도 됩니다. 직선성을 확인하기 위해 더 높은 표준물질을 분석해야 하지만, 해당 시료를 희석해 다시 분석하지 않아도 되기 때문에 시간을 절약할 수 있습니다.

IntelliQuant 기능은 이러한 상황에서 정말 유용합니다. 시료를 미리볼 수 있는 IntelliQuant Screening 기능을 사용해 특정 원소가 높은 농도로 함유되어 있는지를 신속하게 확인할 수 있습니다. 시료 분석 전에 시료를 희석하거나 해당 원소에 대해 덜 민감한 방출선으로 변경할 수 있습니다. IntelliQuant는 시료에서 확인한 내용을 바탕으로 사용할 파장을 추천합니다.

시료가 범위를 초과하는 경우 시료를 자동으로 희석하는 ESI prepFAST와 같은 자동 희석기가 있습니다. 기기가 한 시료에 검량 범위를 초과한다는 플래그를 지정하면, prepFAST는 분석 마지막에 자동으로 해당 시료를 끌어와 검량 범위에 놓이는 적합한 양으로 희석합니다. 시료의 추정 원소 농도를 확인하기 위해 IntelliQuant를 사용하는 경우 사전 결정된 희석 수준을 설정할 수 있습니다. 많은 시료를 희석해 재측정해야 하는 경우 이러한 시스템이 그러한 수고를 덜어줄 수 있습니다.



"관심 방출선이 포화 상태인 경우 해당 분석물질에 대해 덜 민감한 방출선으로 변경해 희석의 수고로움을 피할 수 있습니다."

# 여러분의 요구를 가장 잘 충족하는 ICP-OES는 무엇입니까?



## Agilent 5800 ICP-OES

5800에는 내장 센서와 강력한 프로세서로 구성된 일종의 생태계가 구축되어 있으며, 스마트 알고리즘과 진단을 바탕으로 결과에 영향을 미치는 문제를 파악하고, 유지보수를 사전에 수행하고, 문제해결을 자동화합니다. 5800은 늘 변함 없는 모습의 전문가처럼 묵묵히 작동하면서 문제가 발생하기 전에 권장 사항을 제시하고 문제 해결을 지원합니다. 이 스마트 기능은 재측정해야 하는 시료의 수를 줄여주고 결과에 확신을 갖게 합니다.

추가 정보: [www.agilent.com/chem/5800icpoes](http://www.agilent.com/chem/5800icpoes)

## Agilent 5900 ICP-OES

5900에는 5800과 동일한 스마트 기능이 포함되어 있는 동시에, 모든 ICP-OES 중에서 가장 빠른 시료 측정 속도를 제공하기 때문에 수익을 높일 수 있습니다. 신속한 시료 측정은 아르곤 사용량을 최소화하여 실험실의 수익을 향상하고 보다 자신있게 고객들과 결과를 공유할 수 있게 합니다.

추가 정보: [www.agilent.com/chem/5900icpoes](http://www.agilent.com/chem/5900icpoes)

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 10월 23일, 한국에서 발행  
5994-1278KO

한국애질런트테크놀로지스㈜  
대한민국 서울 특별시 서초구 강남대로 369, A+ 에셋타워 9 층, 06621  
전화 : 82-80-004-5090 ( 고객지원센터 )  
팩스 : 82-2-3452-2451  
이메일 : [korea-inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:korea-inquiry_lsca@agilent.com)