

Agilent ICP-MS IntelliQuant 분석

QuickScan, IntelliQuant 및 별 등급 개요



소개

Agilent ICP-MS MassHunter 버전 4.6에 도입된 ICP-MS용 IntelliQuant는 모든 시료에 대해 자동화된 반정량 분석을 제공합니다. 사용자의 개입 없이 자동으로 보정 및 백그라운드 교정이 이루어지고, 이해하기 쉬운 주기율표 히트 맵 형식과 포괄적인 데이터 테이블로 데이터가 표시됩니다.

IntelliQuant는 각 시료를 측정할 때 QuickScan을 수행할 수 있기 때문에 가능합니다. 옵션인 2초 QuickScan은 측정 가능한 전체 질량 범위에 걸쳐 완전한 질량 스펙트럼을 획득하여 모든 시료의 반정량적 계산과 총 매트릭스 고형물(TMS) 계산을 용이하게 해줍니다.

TMS 수치는 IntelliQuant 데이터로부터 계산됩니다. 총 용존 고형물(TDS)과 마찬가지로 TMS는 각 시료에 있는 주요 매트릭스 원소의 합계입니다.

TMS 계산에는 이온화 억제, 인터페이스 콘 및 렌즈에 대한 매트릭스 증착 등 일반적으로 매트릭스 효과에 영향을 미치는 것으로 간주되는 원소가 포함됩니다. HCl 및 HNO₃와 같은 산에 포함된 원소를 포함한 가스 원소는 ICP-MS에서 눈에 띄는 매트릭스 효과를 일으키지 않으므로 계산에서 제외됩니다.

간섭 제거

결과에 편향을 일으키는 매트릭스 유래 간섭이 존재하는 경우 ICP-MS 데이터는 효용성이 없습니다. 기본적으로 ICP-MS MassHunter는 헬륨 운동 에너지 판별(KED) 모드에서 QuickScan 데이터를 수집합니다. KED는 선택적 반응 화학작용 없이 ICP-MS에서 스펙트럼 간섭의 주요 원인인 다원자 간섭을 제거하고, 사실상 모든 다원자 간섭에 적용할 수 있습니다.

헬륨 KED가 효과적으로 작동하려면 전반적인 기기 설계가 중요합니다. 자세한 내용은 발행물 [5994-1171KO](#)를 참조하세요.

IntelliQuant 데이터 분석

기본적으로 QuickScan 기능은 헬륨 KED 모드에서 활성화됩니다. QuickScan을 비활성화할 수 있지만 전체 분석 시간이 2초만 늘어나는 반면 많은 양의 데이터가 부가됩니다. IntelliQuant가 반정량적 반응을 보정하는 데 가장 적합한 표준을 자동으로 선택하므로 분석가에게 전문 지식이나 별다른 작업이 필요하지 않습니다.

측정 가능한 모든 원소의 반정량적 농도가 각 시료에서 계산되어 데이터 테이블에 표시되고, 이해하기 쉬운 주기율표 히트 맵도 제공됩니다.

시료를 선택하면 TMS 및 농도 데이터로 히트 맵이 자동으로 업데이트됩니다. 사용자는 특정 원소를 클릭하고 해당 요소에 대한 상세 정보를 살펴볼 수 있습니다.

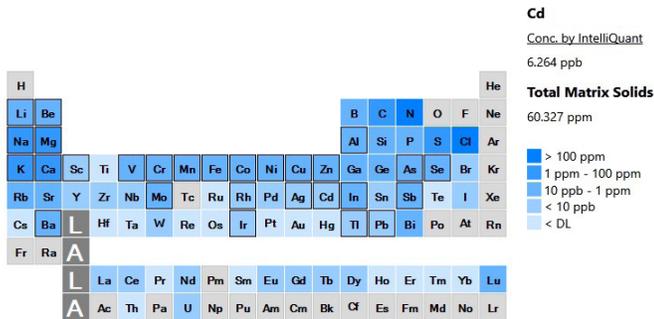


그림 1. 시료 내의 측정 가능한 모든 원소에 대한 반정량적 데이터를 표시하는 IntelliQuant 히트 맵 예시입니다.

모든 시료의 반정량적 데이터가 기록되므로 분석자는 정량적 측정만으로 분석할 때보다 훨씬 더 풍부한 데이터에 접근할 수 있습니다. 실험실 워크플로를 변경하거나 방해하지 않고 이 데이터를 사용하여 특이한 시료나 예상치 못한 결과를 조사할 수 있습니다.

예를 들어, 의심되는 시료에 전체 원소 선별이 필요한 경우 IntelliQuant를 활성화하여 일상적인 표준 분석법에 추가할 수 있으며 변경은 필요하지 않습니다.

IntelliQuant 별 등급

ICP-MS MassHunter 5.3에는 새로운 혁신적 기능인 별 등급 시스템이 도입되었습니다. 하나의 버튼을 누르기만 하면 별 등급 요약 보기가 표시됩니다.

ICP-MS MassHunter를 활성화하면 헬륨 모드에서 측정된 모든 정량 원소와 동위 원소를 평가합니다. 그런 다음 각 동위 원소의 데이터 품질을 평가하고 이해하기 쉬운 별 등급 시스템을 사용하여 데이터의 신뢰 수준을 표시합니다. 별 5개는 해당 동위 원소에 대한 결과의 신뢰도가 높음을 나타냅니다.

결과에 대한 확신

IntelliQuant는 별 등급을 계산할 때 다음을 포함한 다변수 데이터를 사용합니다.

- 스펙트럼 간섭
- 측정 정밀도
- 검출 한계 및 백그라운드
- 검량 데이터의 질



그림 2. IntelliQuant 별 등급은 다변량 분석을 사용하여 정량적 시료 데이터에 대한 신뢰 수준을 계산합니다.

간섭 데이터베이스

스펙트럼 간섭은 QuickScan 기능을 통해 수집된 전체 스캔 데이터를 사용하여 계산됩니다. 스펙트럼은 실제 간섭에 대한 포괄적인 데이터베이스를 통해 필터링됩니다. 이 데이터베이스는 NoGas 모드 및 헬륨 충돌 모드에 대한 다양한 사전 설정 플라즈마 조건(저매트릭스, 범용 또는 UHMI)에서의 간섭 형성률에 대한 세부 정보를 담고 있습니다.

그런 다음 IntelliQuant는 QuickScan 데이터를 사용하여 알려지지 않았거나 예상치 못한 원소로 인한 간섭의 영향을 추정합니다. 평가할 분석물 신호에 대한 간섭 가능성의 상대적 강도를 고려하여 그 영향이 상당한지 평가합니다.

이 기능은 헬륨 충돌 모드가 효과적이지 않은 이중 하전 원소(M²⁺)와 같은 원자 간섭에 유용합니다. 이중 하전된 간섭이 상당한 수준으로 형성하려면 여러 요인이 동시에 발생해야 합니다. 원래 원소는 질량이 두 배 더 높아야 하고, 2차 이온화 에너지가 낮고, 농도가 비교적 높아야 합니다. 이러한 요인은 대부분의 시료에서는 흔하지 않지만 간과되는 경우가 많습니다.

이중 하전된 희토류 원소(REE)가 주요 원소인 비소(As)와 셀레늄(Se)의 겹보기 신호에 미치는 영향을 좋은 예로 들 수 있습니다. 많은 시료에서는 REE의 농도가 눈에 띄게 높지 않으며, 대부분의 규제 분석법에는 REE 분석이 요구되지 않습니다.

즉, 시료에 REE가 포함되어 있어도 여기에 해당하는 분석 데이터가 없으므로 쉽게 간과될 수 있습니다. 그러나 IntelliQuant와 QuickScan은 모든 시료의 전체 질량 스펙트럼을 자동으로 평가하고 문제점을 알려줍니다.

전체 데이터 평가

IntelliQuant 별 등급은 간섭 탐지기 이상의 의미를 갖습니다. 측정 정밀도와 검량 데이터의 질과 같이 분석에서 중요한 모든 요소를 평가합니다. 또한 각 분석물에 대한 정량 한계(LOQ)와 백그라운드 당량 농도(BEC)도 동위 원소 수준까지 고려합니다.



그림 3. 다양한 수준의 저조한 측정 정밀도를 가진 동위 원소에 대한 IntelliQuant 별 등급 예입니다.

예를 들어, 간섭은 없지만 시료가 부족해 측정 정밀도가 낮은 시료나 원소는 정밀도가 좋은 비슷한 시료보다 별 등급이 낮습니다. 이러한 간단한 데이터 평가를 통해 분석가는 단순한 업무에서 벗어나 다른 중요한 작업에 집중할 수 있습니다.

IntelliQuant 기능 테스트

IntelliQuant는 사용된 알고리즘의 견고성과 신뢰성을 검증하기 위해 여러 개의 실제 시료 배치를 사용한 테스트를 거쳤습니다. 여기서 간섭 식별의 예를 자세히 설명합니다.

정확도를 평가하기 위해 표준 참조물질(SRM)인 NIST 1643f (수중 미량 원소)가 사용되었습니다. 그런 다음 시료에 점진적인 농도의 REE(0.1, 1.0, 10.0ppm)를 첨가하고 각 용액을 두 번씩 측정했습니다.

인증된 원소 중 As와 Se는 모두 이중 하전된 네오디뮴(Nd) 및 사마륨(Sm)의 간섭을 받을 수 있습니다. 표 1은 다양한 REE 수준에서 As와 Se에 대한 분석 효과와 회수율을 보여줍니다.

표 1. Nd²⁺ 및 Sm²⁺ 간섭이 첨가된 NIST 1643f SRM의 As 및 Se 회수율에 미치는 영향. 농도는 ppb로 표시되고 회수율은 인증 값의 백분비로 표시됩니다.

	75 As		78 Se	
	인증 값	회수율	인증 값	회수율
NIST 1643f	58.93	103	11.99	102
NIST 1643f	58.11	101	11.82	101
NIST 1643f + 0.1ppm	61.07	106	55.31	473
NIST 1643f + 0.1ppm	61.86	108	56.15	480
NIST 1643f + 1ppm	93.41	163	447.94	3829
NIST 1643f + 1ppm	93.59	163	447.79	3802
NIST 1643f + 10ppm	518.86	904	6170.19	52737
NIST 1643f + 10ppm	548.79	956	5994.33	51234

특히 농도가 낮은 REE 시료의 경우 간섭 효과는 분석가에게 명확하게 나타나지 않을 수 있습니다. 그러나 IntelliQuant는 QuickScan 데이터를 사용하여 간섭을 성공적으로 식별했습니다. 그림 5a-d는 IntelliQuant가 As에 대한 간섭을 어떻게 식별했는지 보여줍니다.

표준물이 첨가되지 않은 NIST 1643f는 문제가 없으며 As와 Se에 대한 결과에는 모두 5개의 별을 주었습니다. 표 1의 분석 데이터를 통해 확인된 바와 같이 헬륨 충돌 모드에서 다원자 간섭이 성공적으로 제거되었습니다.

REE 농도를 0.1ppm으로 높여도 As에는 거의 영향이 없었지만 IntelliQuant는 간섭 가능성을 감지하고 결과를 별 4개로 평가했습니다. 셀레늄은 테스트된 모든 첨가물질 농도에서 간섭을 보였으며, 이는 별 1개(그림 4) 등급으로 표시되었습니다.

이후의 표준물 첨가로 As(및 Se)에 대한 간섭이 증가했고, 심각도가 높아질수록 해당 측정에 대한 별 등급 신뢰도도 떨어졌습니다.

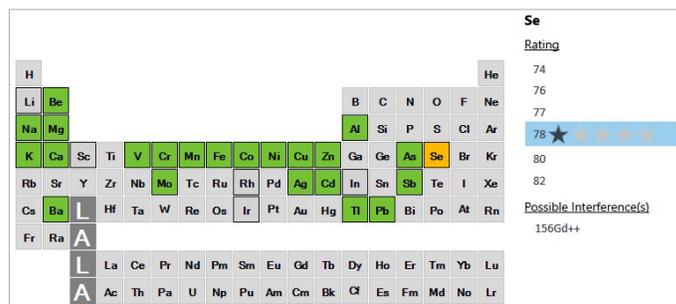


그림 4. 0.1ppm REE가 첨가된 NIST1643f SRM. 셀레늄은 Nd²⁺ 및 Sm²⁺로부터 심각한 간섭을 나타내는 별 1개 등급을 나타냅니다.

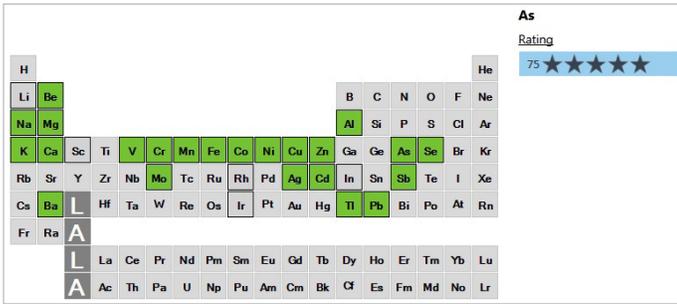


그림 5a. 표준물이 첨가되지 않은 NIST1643f SRM. IntelliQuant 별 등급 히트 맵의 모든 원소는 녹색으로, 문제가 없음을 나타냅니다. 비소는 알려진 문제가 없음을 나타내는 별 5개 등급을 받았습니다.

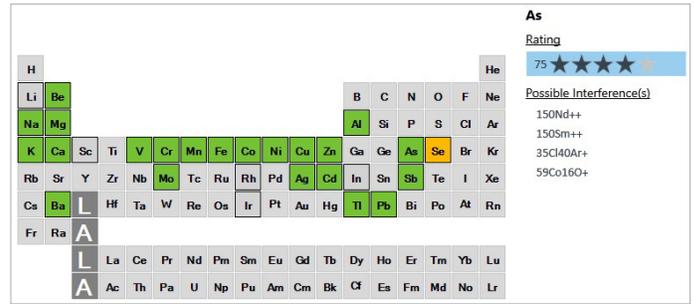


그림 5b. 0.1ppm REE가 첨가된 NIST1643f SRM. 셀레늄에 문제가 표시되고 (주황색 셀), As에 대한 별 등급이 낮아져 Nd²⁺ 및 Sm²⁺로부터 낮은 수준의 간섭이 발생할 가능성을 시사합니다.

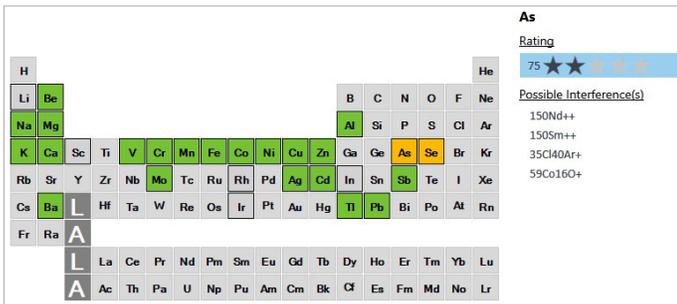


그림 5c. 1ppm REE가 첨가된 NIST1643f SRM. As 결과에 대한 신뢰도가 별 2개로 낮아졌으며 주황색으로 표시되어 Nd²⁺ 및 Sm²⁺의 강한 간섭을 시사합니다.

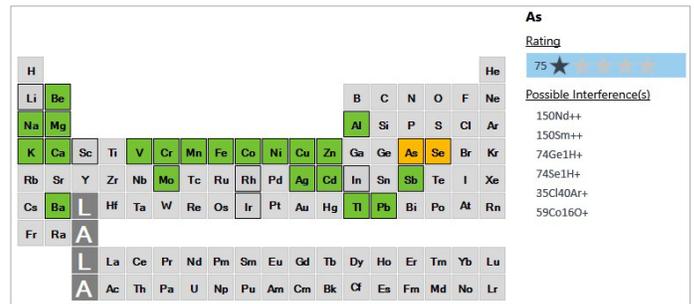


그림 5d. 10ppm REE가 첨가된 NIST1643f SRM. As 결과에 대한 신뢰도는 낮습니다. 별 1개는 Nd²⁺ 및 Sm²⁺의 심각한 간섭을 나타냅니다.

표 2는 표준물이 첨가되지 않은 SRM의 결과와 회수율을 보여줍니다. 모든 회수율은 수용 가능한 수준이었으며 IntelliQuant는 표준물이 첨가되지 않은 시료에 대해 어떠한 측정 문제도 발견하지 못했습니다.

표 2. NIST1643f SRM에 대한 회수율 데이터. 인증 농도(Cert)와 측정 농도(Conc)는 µg/L⁻¹로 표시됩니다.

원소	인증 농도	측정 농도	회수율
9 Be	13.67	13.67	100
23 Na	18.83	20.21	107
24 Mg	7.454	8.169	110
27 Al	133.8	140.4	105
39 K	1.932	2.113	109
44 Ca	29.43	30.36	103
51V	36.07	35.17	98
52 Cr	18.50	18.42	100
55 Mn	37.14	37.18	100
56 Fe	0.09	0.097	104
59 Co	25.30	25.40	100
60 Ni	59.8	60.1	101

원소	인증 농도	측정 농도	회수율
63 Cu	21.66	21.78	101
66 Zn	74.4	76.3	103
75 As	57.42	58.93	103
78 Se	11.700	11.990	102
95 Mo	115.3	125.3	109
107 Ag	0.9703	0.977	101
111 Cd	5.89	5.88	100
121 Sb	55.45	55.35	100
137 Ba	518.2	527.1	102
205 Tl	6.892	6.812	99
208 Pb	18.488	18.569	100

IntelliQuant 간섭 시뮬레이터

ICP-MS MassHunter 5.3 이상에서 제공되는 간섭 시뮬레이터를 사용하면 시료를 실행하거나 플라즈마를 켜지 않고도 다양한 매트릭스에서 시뮬레이션된 간섭을 테스트할 수 있습니다.

IntelliQuant 시뮬레이터는 별 등급 평가를 위해 만들어진 간섭 데이터베이스를 사용하여 선택된 셀 및 플라즈마 모드에서 발생할 수 있는 간섭을 계산합니다.

사용자는 원하는 예시 매트릭스를 선택하여 필요에 따라 편집한 다음, 이를 사용자 정의 시료 매트릭스로 저장할 수 있습니다.

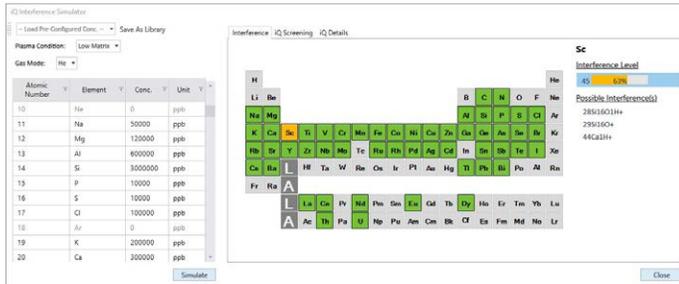


그림 6. IntelliQuant 간섭 시뮬레이터를 사용하면 용액을 준비하거나 플라즈마를 켜지 않고도 실험할 수 있습니다.

데이터 호환성

IntelliQuant와 별 등급은 ICP-MS MassHunter를 사용하여 수집한 모든 QuickScan 데이터와 호환됩니다. 이러한 호환성은 기기 유형이나 사용 연한에 관계없이 모든 데이터를 IntelliQuant¹를 사용하여 다시 처리할 수 있음을 의미합니다.

이 기능은 Agilent 7700, 7800, 7850, 7900 ICP-MS 및 Agilent 8800 및 8900 ICP-QQQ의 데이터와 호환됩니다.

¹ 성능은 사전 설정된 플라즈마 조건과 헬륨 충돌 모드의 사용에 따라 달라집니다.

www.agilent.com/chem/icp-ms

DE07391022

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 5월 28일, 한국에서 발행
5994-7441KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com