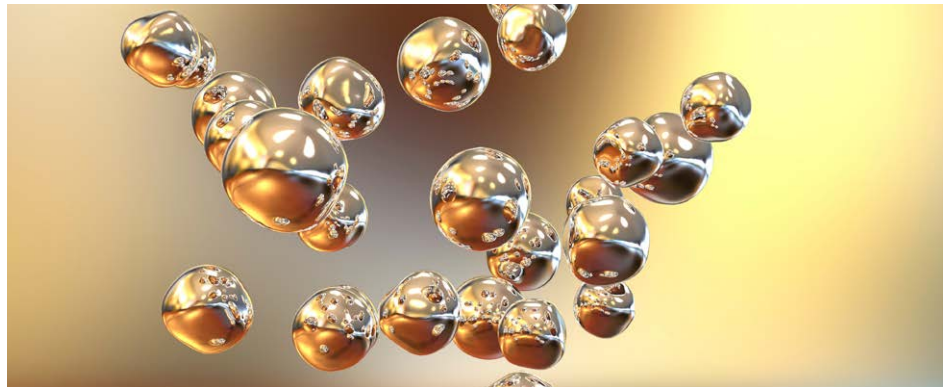


ICP-MS 및 더 짧은 측정 시간을 사용한 단일 나노입자의 분해능 향상

단일 나노입자 신호 프로파일에서 50 μ s 측정 시간의 장점



저자

Tetsuo Kubota
Agilent Technologies, Inc.

소개

단일 나노입자(sNP)는 직경이 100nm 미만인 입자로 정의됩니다. 고유한 물리적 및 화학적 특성으로 인해, 엔지니어링 나노입자는 성능 또는 기능 향상을 위해 다양한 제품에 적용되고 있습니다. 동시에, 이들은 잠재적인 오염물질 또는 유해물질로도 점차 더 인식되고 있습니다. 예를 들어, 반도체 산업에서는 공정 화학물질 내에 존재하는 한 자릿수 나노미터 크기의 sNP조차 전기적 쇼트를 유발하고 제품 수율을 저하시킬 수 있습니다. 환경 및 생물학적 시스템에 대한 sNP의 영향은 아직 연구 중이지만, 연구자들은 single particle-ICP-MS(spICP-MS)를 사용하여 sNP를 측정하는 분석법을 개발해 왔습니다.¹ 애질런트 ICP-MS 기기는 빠른 스캔 기반의 다원소 분석 능력, 초고감도, 낮은 백그라운드 및 통합 데이터 분석 소프트웨어를 바탕으로 sNP 특성 분석에 널리 사용되고 있습니다.²⁻⁵

sNP는 고에너지 ICP 내에서 분해, 원자화 및 이온화됩니다. 입자로부터 생성된 이온은 이온 클러스터 형태로 진공 챔버에 유입되며, 이후 백그라운드 신호보다 높은 순간적 신호 피크로 검출됩니다. 각 sNP 이벤트에서 발생하는 신호는 일반적으로 400-1,300 μ s 동안 지속됩니다. 이처럼 짧은 지속 시간의 신호를 고분해능으로 검출하기 위해 fast time-resolved analysis(fast-TRA) 데이터 수집 방식이 사용됩니다. 일반적으로, 기본 측정 시간으로 100 μ s가 사용됩니다. 그러나 더 높은 피크 분해능이 필요한 경우, Agilent 9500 Triple Quadrupole ICP-MS(ICP-QQQ)는 최소 50 μ s의 측정 시간으로 운용할 수 있습니다. 9500 ICP-QQQ 개발 과정에서 기기 하드웨어가 개선되면서 훨씬 짧은 시간 간격에서도 TRA를 안정적으로 제어할 수 있게 되었습니다. 이러한 개선을 통해 9500은 50 μ s 측정 시간에서도 높은 안정성으로 운용할 수 있게 되었으며, 고분해능 sNP 분석에 적합한 기기로 제시됩니다. CeO*/Ce* 비율 < 1%로 보여지는 애질런트 ICP-MS 기기의 견고한 플라즈마는 표준물질과 시료 간의 매트릭스 효과도 감소시킵니다.

본 연구에서는 측정 시간 50 μ s를 사용하여 sNP 분석에 대한 기초 평가를 수행했습니다. 금(Au), 실리카(SiO₂) 및 백금(Pt) 나노입자를 9500 ICP-QQQ로 분석했으며, 그 결과를 100 μ s 측정 시간 조건으로 얻은 결과와 비교했습니다.

실험

기기

Agilent 9500 ICP-QQQ는 토치를 제외하고 표준 구성(Ni 콘 및 u-렌즈)을 사용했습니다. ICP 내 이온 클러스터의 확산을 최소화하고 더 뾰족하며 분해능이 우수한 피크를 얻기 위해 내경 1.5mm 주입기의 석영 토치를 사용했습니다.

다원소 NP 데이터 수집 및 분석은 Agilent OpenLab ICP-MS 소프트웨어용 옵션 사양인 Single Nanoparticle Application Module의 Rapid Multi-Element Nanoparticle Analysis 모드를 사용하여 수행했습니다. Rapid Multi-Element Nanoparticle Analysis 모드에서는 단일 시료 데이터 수집으로부터 다원소 데이터를 순차적으로 획득하며, 모든 데이터는 하나의 파일로 통합됩니다. 이 분석법은 모든 분석물질에 대해 한 번의 시료 주입 및 린스만 필요하므로 시간을 절약할 수 있습니다. 또한 여러 번 개별 분석을 수행하는 경우보다 단일 분석에서 시료 오염 위험이 훨씬 낮기 때문에 데이터 품질 향상도 기대할 수 있습니다.

표 1. 다원소 나노입자 분석을 위한 Agilent 9500 ICP-QQQ 운영 조건.

	No Gas
RF 전력(W)	1550
샘플링 깊이(mm)	10
네블라이저 가스 유속(L/분)	0.96
렌즈 전압	Autotune
측정 시간(μ s)	50 또는 100

응용 처리된 파라미터는 다원소 나노입자 분석용 사전 설정 분석법을 Method Wizard에서 선택하거나 오토튠 수행 후 자동으로 설정되었습니다.

시료 전처리

30, 60, 100nm Au NP, 50, 70nm Pt NP, 500, 1000nm SiO₂ NP로 구성된 7종의 나노입자 현탁액(nanoComposix, San Diego, CA, USA)을 NP 표준으로 사용했습니다. 이온 감도를 측정하기 위해 수용성 Au, Pt 및 Si 표준(1000ppm, Kanto Chemicals, Japan)을 초순수로 희석했습니다.

결과 및 토의

50 및 100 μ s 측정 시간을 사용한 피크 모양 비교

60nm Au NP 용액을 50 μ s 측정 시간으로 측정했습니다. 그림 1에서 볼 수 있듯이, 나노입자 신호 피크는 데이터가 100 μ s 간격으로 보고될 때(아래 그래프)보다 50 μ s 측정 시간(위 그래프)에서 더 뾰족하고 뚜렷하게 분해됩니다.

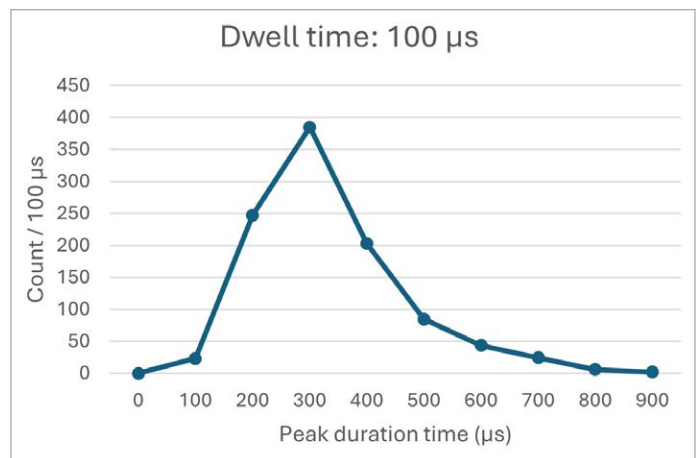
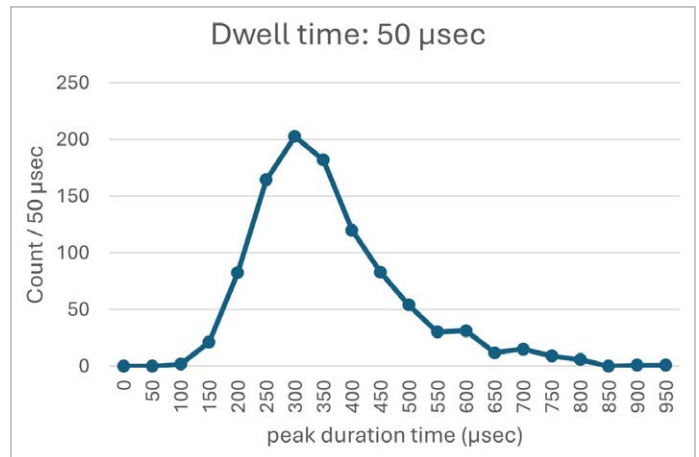


그림 1. 50 μ s 측정 시간(위) 및 더 적은 데이터 포인트(100 μ s 간격)(아래)를 사용한 60nm Au NP의 피크 모양 비교.

sNP-ICP-MS 분석에서는 피크 중첩이 발생할 수 있으며, 이는 입자 크기 분포에는 양의 편향을, 입자 수 농도에는 음의 편향을 초래할 수 있습니다. 이러한 중첩은 자주 발생하지는 않지만, 더 짧은 측정 시간을 사용하면 개별 나노입자 이벤트를 분리할 가능성이 높아지므로 더욱 효과적으로 완화할 수 있습니다. 그림 2는 두 개의 60nm Au NP가 단일 50 μ s 측정 시간 구간 내에서 명확하게 분리될 수 있음을 보여줍니다.

그러나 측정 시간이 짧아질수록 피크 강도와 백그라운드 신호 모두 더 짧은 구간에서 샘플링되므로 신호대 잡음비(S/N)가 감소합니다. 나노입자 신호와 이온 백그라운드의 상대적 크기에 따라, 더 긴 측정 시간에서는 관찰 가능했던 작은 피크의 검출 효율이 감소할 수 있습니다.

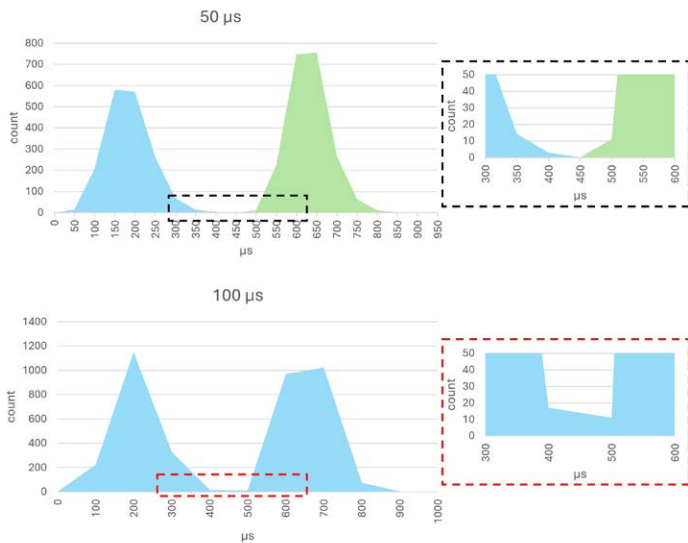


그림 2. 상단: 1포인트(50 μ s) 간격으로 분리된 두 개의 인접한 sNP 피크. 하단: 만약 피크를 100 μ s 측정 시간으로 측정했다면, 두 개의 sNP는 하나의 신호로 잘못 보고되었을 것이며, 이는 입자 크기 분포 및 입자 수 농도 결과에 영향을 미쳤을 것입니다.

50 및 100 μ s 측정 시간을 사용한 평균 입자 크기 결과 비교

nanoComposix의 Au, Pt 및 SiO₂ 나노입자 현탁액 7종을 9500 ICP-QQQ로 분석하여 평균 입자 크기를 평가했습니다. 분무 효율은 60nm Au 물질을 사용하여 결정했으며, 이 효율을 적용하여 Pt 및 SiO₂ 신호를 입자 크기로 변환했습니다. 추가적으로 이온 표준을 사용한 감도 보정도 수행했습니다.

50 μ s 측정 시간에서 수집한 모든 나노물질의 평균 입자 크기는 제조사의 인증값(TEM 측정값)과 일치했으며, 100 μ s 측정 시간에서 얻은 결과와도 일관되었습니다(표 2).

표 2. 50 및 100 μ s 측정 시간을 사용하여 측정한 세 가지 Au, Pt 및 SiO₂ 나노물질의 평균 입자 크기와 인증값 비교.

원소	인증 크기(nm)	평균 입자 크기(nm)	
		50 μ s	100 μ s
¹⁹⁷ Au	30 \pm 2	29	29
	57 \pm 6	57	59
	98 \pm 7	100	101
¹⁹⁵ Pt	46 \pm 5	41	41
	71 \pm 4	68	68
²⁸ SiO ₂	512 \pm 21	498	503
	1013 \pm 30	992	987

50 및 100 μ s 측정 시간을 사용한 입자 크기 분포 비교

인증 NP 크기가 57 \pm 6nm인 Au 나노물질의 신호 분포를 50 및 100 μ s 측정 시간에서 획득했습니다. 그림 3에서 볼 수 있듯이, 두 측정 모두 약 60nm를 중심으로 하고 대략 40-80nm 범위에 걸쳐 거의 정규 분포를 나타냈습니다. 두 경우 모두 분포는 낮은 크기 범위(40-60nm) 쪽으로 약간 치우친 형태를 보였으며, 이는 분석 인증서에 기술된 입자 크기 특성과 일치했습니다. (nanoComposix에서 제공한 분포 플롯은 저작권 제한으로 인해 본 문서에는 표시할 수 없습니다.)

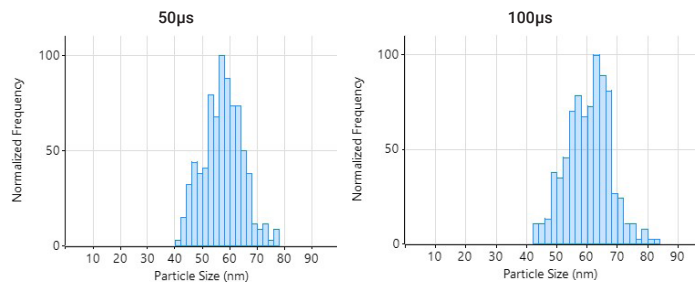


그림 3. 50 μ s(왼쪽) 및 100 μ s(오른쪽) 측정 시간을 사용한 Au 57 \pm 6nm NP의 입자 크기 분포 비교.

결론

고분해능 나노입자 분석을 위해, Agilent 9500 ICP-QQQ는 기본 설정인 100 μ s뿐만 아니라 50 μ s 측정 시간에서도 단일 입자 모드로 운용할 수 있습니다. 하드웨어와 소프트웨어의 발전을 통해 측정 시간을 줄일 수 있게 되었으며, 이러한 결합 환경에서 더 높은 분해능의 단일 나노입자 측정이 가능합니다.

Au, SiO₂ 및 Pt 나노입자에서 향상된 피크 분해능이 입증되었으며, 동시에 표준 100 μ s 측정 시간 설정과 동등한 성능도 유지되었습니다. 50 μ s 조건에서 획득한 나노입자 현탁액의 평균 입자 크기는 제조사의 인증 범위 내에 있었습니다. 마찬가지로, 50 및 100 μ s에서 측정된 입자 크기 분포는 제조사가 제공한 분포와 매우 유사하게 나타났습니다.

향상된 피크 분해능 외에도, 더 짧은 측정 시간은 단일 측정 시간 구간 내에서 여러 입자가 동시에 검출될 가능성을 줄여 데이터 정확도를 향상시킬 수 있습니다.

전체 데이터 양은 측정 시간에 반비례하여 증가하므로, 50 μ s 측정 시간은 단위 시간당 더 많은 데이터 포인트를 생성합니다. 대용량 데이터셋을 처리할 때 처리 시간을 줄이기 위해, Agilent ICP-MS 소프트웨어(ICP-MS MassHunter 및 OpenLab ICP-MS 모두)는 sNP 데이터 분석에 멀티스레드 CPU 기반 연산을 사용하여 효율적인 데이터 관리를 유지합니다.

많은 sNP 분석에서는 50 μ s가 반드시 필요한 것은 아니지만, 이러한 짧은 측정 시간을 사용할 수 있는 옵션은 유연성을 높여줍니다. 예를 들어, 예상보다 입자 수가 많은 시료를 추가 희석 없이 분석할 수 있습니다.

참고 자료

1. Waegeneers, N. et al. Estimation of the Uncertainties Related to the Measurement of the Size and Quantities of Individual Silver Nanoparticles in Confectionery, *Materials*, **2019**, 12,17 2677, <https://doi.org/10.3390/ma12172677>
2. Multielement Nanoparticle Analysis of Semiconductor Process Chemicals Using spICP-QQQ, 애질런트 발행물, [5994-0987EN](#)
3. Analysis of Nanoparticles in Organic Reagents by Agilent 8900 ICP-QQQ in spICP-MS Mode, 애질런트 발행물, [5994-1306EN](#)
4. Analysis of 15 nm Iron Nanoparticles in Organic Solvents by spICP-MS, 애질런트 발행물, [5994-1747EN](#)
5. Extending ICP-MS Capabilities to Detect Nanoparticles in Food, 애질런트 발행물, [5994-1748EN](#)

이 응용 연구에 사용된 제품

애질런트 제품

제품 유형	설명	부품 번호
시료 도입 시스템	1.5 mm torch for 9500 ICP-MS	M5150-67012
소프트웨어	Single nanoparticle module	G5714A

www.agilent.com/chem/9500icpqqq

DE-013881

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2026
2026년 6월 1일, 한국에서 발행
5994-9127KO

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