

AAS 기본으로 돌아가기: 기기 유지보수 및 분석을 위한 요령 및 방법

원자 흡수 분광법은 원소 분석을 위한 견고한 기기 테크닉으로, 몇 가지 주요 유지보수 작업 및 시스템 검증 프로토콜로 장기간에 걸쳐 일관된 결과를 제공합니다.



저자

Eric Vanclay,
Agilent Technologies, Inc.

서론

다양한 종류의 원자 흡수 분광기(AAS)는 원소 분석을 위한 핵심 기기로 오랫동안 알려져 왔습니다. 불꽃 또는 흑연로 원자화에 기반을 둔 AAS는 적시에 재현성 있는 감도 및 정확한 결과를 제공하며, 작동이 쉽습니다. 그러나 모든 분광기가 그렇듯이, AAS 시스템의 분석 성능 유지를 위해서는 어느 정도의 유지보수 작업이 필요합니다. AAS 유지보수의 몇 가지 기본적인 부분은 시스템 운영과 가동 중단 시간 최소화 측면에서 높은 생산성 이점을 제공하는 것입니다. 특히 시료 nebulizer와 시료 주입 부품의 청결, 정확한 분석 표준물질 전처리, 입사광 소스 최적화, 분석 감도 검증 등이 포함됩니다. 흑연로 시스템에 비해 불꽃 원자화의 보급률이 더 높은 점을 감안하여, 이 문서는 모든 AAS 기기에 적용 가능한 권장 사항과 함께 불꽃 AAS 플랫폼의 유지보수를 중점으로 설명합니다.

Nebulizer 성능 유지 방법

시료 nebulizer의 적절한 기능 유지는 AAS 작동에서 핵심적입니다. Nebulizer의 막힘 현상은 흔한 문제가 될 수 있습니다. 잔여 시료 용액이 nebulizer의 시료 캐필러리 내에 남아있으면 결정화되어 nebulizer를 막을 수 있습니다. 또한, 퇴적물, 침전물, 먼지, 심지어 실험실에서 사용하는 천의 보풀 등 발생 원인에 관계없이 시료 용액에서 용해되지 않은 입자 물질로 인해 막힘 현상이 일어날 수 있습니다. 유지보수 효율성의 관점에서 보면 nebulizer 막힘을 방지하는 것이 막힌 후 세척에 시간을 들이는 것보다 가장 쉬운 방법입니다. 불꽃을 끄기 전에 시료 주입 라인을 블랭크 용액으로 행구는 것은 막힘 현상을 방지하는 매우 간단한 방법입니다. 용액 내에 부유물 입자를 가진 시료라면 이를 필터로 거르고, 원심분리하거나 흡입 전 부유물 입자가 가라앉도록 하는 것이 좋을 수 있습니다. 그러나 nebulizer가 막히는 경우에는 이를 세척하는 것도 가능합니다. 세척을 위해서는 nebulizer를 완전히 분해한 후, 세제 용액에 각 부분을 담그고 초음파 처리를 합니다. 그 후 탈이온수로 행구고 재조립한 후 막힘이 제거되었는지 확인하면 됩니다.

이러한 시료 처리 방식과 함께 특정 AAS 시스템과 분석법 파라미터를 사용하면 각 응용 분야에 필요한 감도와 선택성 간의 균형을 유지하면서 막힘 현상을 최소화할 수 있습니다. 최적의 성능을 위한 일반적인 권장 사항으로는 스프레이 챔버 내 혼합 패들 설치, 최고의 감도를 획득하기 위한 임팩트 비드의 위치 설정, narrow-bore 시료 주입 캐필러리 라인 사용 등이 있습니다. 그러나 이와 같은 방법 요소들은 향상된 감도를 필요로 하는 저농도 시료 흡입 시 또는 고농도의 총 용존 고형물을 포함한 용액 분석 시 감도를 향상시키도록 바꾸어야 합니다. 임팩트 비드는 nebulizer에 가깝도록 조절해 시료 주입 캐필러리 라인을 통해 흡입되는 부유 입자의 영향을 최소화하도록 해야 합니다. 또한 매일 일과 끝에 불꽃이 아직 작동 중인 상태에서 산 행굼 용액을 흡입하여 시스템을 철저히 행군 후, 스프레이 챔버 어셈블리를 물로 세척합니다.

시료 주입 시스템 세척

가동 중단 시간을 최소화하고 기기의 수명을 더욱 늘리려면 스프레이 챔버와 버너 구성품을 포함한 시료 주입 및 원자화 시스템의 청결 유지에 특별한 주의를 기울여야 합니다. 스프레이 챔버 세척에는 시스템 분해 및 세제 용액으로 구성품을 세척하고 행굼 및 건조하는 과정이 포함됩니다. 스프레이 챔버를 재조립할 때는 각 구성품의 물리적 상태를 살펴보아야 합니다. 스프레이 챔버의 작동 부위는 최적의 감도와 성능을 위해 매우 중요하며, 유리 임팩트 비드 표면이 깨어지거나 오-링에 손상이 보인다면 하는 경우를 포함해 어떤 종류든 손상 및 노후화 징후 발견 시에는 해당 구성품의 수명이 다한 것으로 보고 교체해야 합니다. 불꽃 AAS에 사용되는 버너의 경우, 버너 슬롯의 청결 유지가 가장 중요합니다. 연료가 풍부한 불꽃을 사용하거나, 고농도의 용존 고형물이 포함된 시료를 측정하면 버너에 물질이 축적될 수 있으며, 이는 원자화 효율성과 감도를 떨어뜨릴 수 있습니다. 이와 같은 타입의 잔여물은 버너 슬롯의 안팎을 황동 청소용 금속 광택제로 닦아 표면에서 제거할 수 있습니다. 버너 슬롯에 금속 광택제를 넣는 데 사용할 수 있는 특수 비금속 버너 세척 스트립이 있습니다. 버너 슬롯 청소 뒤에는 이를 물로 깨끗하게 행구고 건조해 기기에 다시 부착합니다.

분석 표준물질의 정확한 제조

AAS 신호와 분석물질 농도 간의 모든 관계는 검량 데이터의 정확성에 달려 있으므로, 정량 결과는 사용자가 준비한 검량 표준 용액이 정확할 경우에만 믿을 수 있습니다. 분석물질 정량의 오류는 전처리, 오염, 시료원 문제 등 다양한 원인으로 발생할 수 있습니다. 부적절한 참조 표준물질의 사용은 부정확한 결과를 산출할 가능성이 있을 뿐 아니라 문제해결로 인한 시간 손실, 기기 가동 중단 시간 장기화를 야기하고 새로운 표준물질 제조, 시료 재분석의 필요성을 발생시킵니다. 뿐만 아니라 표준물질 제조의 오류는 심지어 기기 구성품의 고장, 품질 관리 실사의 실패, ISO 인증 실패 등의 결과를 야기할 수도 있습니다.

그러나 이와 같은 어려움은 그림 1에 기재된 애질런트 생산 제품과 같은 고품질 인증 표준물질을 선택함으로써 피해갈 수 있습니다. 애질런트 인증 표준물질은 ISO 9001, ISO Guide 34 공장에서 고순도의 원료와 정제된 용매로 >99.999%의 최고 순도를 유지하며 제조됩니다. 이와 같은 투명한 공정 조건은 미국표준기술연구소(NIST)가 개발한 고성능 분광 프로토콜을 사용한 고품질 보장 테스트를 통해 증명됩니다. 애질런트 인증 표준물질은 68개 불순물 미량 검사 농도에 대한 분석 인증서를 제출함으로써, ISO/IEC 17025 인증을 받았습니다. 따라서 애질런트 인증 표준물질의 농도 및 불확실성 값은 NIST SRM 3100 참조 표준물질에서 바로 추적 가능하므로, 가장 높은 정확성과 추적 가능성을 보장합니다. 또한 애질런트 인증 표준물질은 사전 세척된

또한 복잡한 매트릭스로 인해 분석물질 전처리 방법이 비효율적일 경우, 분석물질의 일부만이 용액에 포함되어 있는 시료가 생성될 수도 있습니다.

PTFE 또는 HDPE 용기로 포장됩니다. 애질런트가 인증 표준물질 생산 과정에서 기울이는 세심한 노력 덕분에 대부분의 표준물질 제품은 18개월 이상의 긴 유통기한을 자랑합니다.

최적의 인증 표준물질 선택, 적절한 시료 처리, 검량 표준물질 사용 프로토콜 준수 등은 모두 작업 완수 시까지 인증 물질의 정확성 및 정밀성을 유지하는 데 중요합니다. 사용되는 모든 참조 표준물질은 유통기한 내에 사용해야 합니다. 생산업체가 정한 기한을 넘긴 물질은 화합물의 안정성과 순도를 보장할 수 없습니다. 실제 시료 처리 과정에서 발생하는 오류는 피펫의 정기적 검량 및 A 등급의 부피 측정용 유리 초자 사용으로 최소화할 수 있으며, 용매로부터의 오염은 18 MΩ 탈이온수 또는 고순도 유기용매 사용으로 최소화할 수 있습니다. 희석 과정에서 농축된 원액으로부터 검량액을

가장 높은 ISO 인증	ISO 9001, ISO Guide 34 시설에서 제조되고 ISO 17025 테스트 실험실에서 인증됨
높은 순도	고순도 원료와 용매로 제조하고 불순물 테스트를 거침
NIST 추적 가능	NIST 고성능 ICP-OES 테스트 프로토콜을 이용해 인증 SRM의 NIST 3100 시리즈로 직접 추적 가능
오염 걱정 없음	사전에 세척된 고순도 HDPE 용기에 포장 폴리 밀봉 백으로 배송
긴 보관 기간	대부분 18개월의 보관 기한 장단기 안정성이 연구로 증명됨
철저한 확인	Agilent ICP-MS를 이용해 분석한 미량 불순물 CoA에서 보고된 최고 68개 미량 불순물의 실제 농도

그림 1. 애질런트 인증 표준물질의 가치.

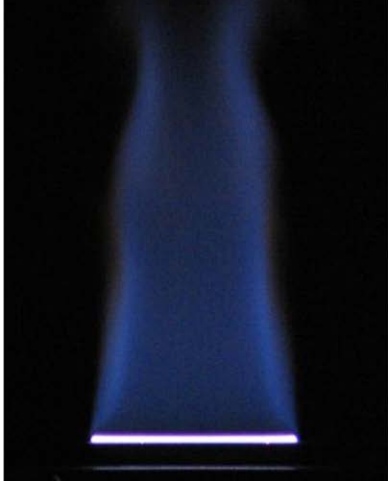
제조할 때 농축액을 한번에 희석하기 보다는 목표 농도에 도달할 때까지 연속 희석으로 대체해야 합니다. 희석이 되고 나면, 저농도 (ug/L) 검량 표준물질은 정확한 농도 보장을 위해 정기적으로 다시 만들어야 하며, 분석물질 안정화를 위한 산을 첨가해 PFA 또는 FEP 용기에 보관해야 합니다.

시료 오염과 부정확성의 또 다른 경로는 시료 물질과 용기 외부에 있을 수도 있습니다. 1회용 피펫 팁, 원심분리 튜브와 같은 플라스틱 기구에 색상이 첨가되어 있을 경우, 사용을 피해야 합니다.

플라스틱 제품의 발색제는 시료 전처리나 보관 과정에서 용액으로 침출될 수 있으며, 이와 같은 원인으로 Cu, Fe, An, Cd 불순물과 같은 것들이 유입되는 경우가 일반적입니다. 비슷한 이유로 피펫 팁은 원액 속에 절대 넣지 말아야 하며, 특히 산이 있을 경우에는 더욱 그렇습니다. 분말이 묻은 장갑이나 공기 중 먼지 등으로부터는 입자형 오염물이 유입될 수 있습니다. 휘발성이 높은 화합물에서는 분석물질 소실이 나타날 수도 있습니다. 또한 복잡한 매트릭스로 인해 분석물질 전처리 방법이 비효율적일 경우, 분석물질의 일부만이 용액에 포함되어 있는 시료가 생성될 수도 있습니다. 시료 배치 내에서 시약 및 분석법 블랭크 사용과 시료 첨가(분해 전과 후)를 조합하고, 유사한 매트릭스의 표준 참조 물질에 대해 시료 전처리 절차를 거치는 것은 전처리 과정에서의 문제 발생 방지는 물론 시약과 용기로 인한 잠재적 오염 발생 방지에도 중요한 역할을 합니다.

AAS 시스템 운영 조건 및 감도

일반적인 교락 인자들을 고려한 다음, AAS 시스템의 전체적 작동을 확인해 시스템이 최고의 작동 조건 상태에 있는지 전체적으로 검증해야 합니다. 기기의 각 작동 구성 요소를 고려해 전체 시스템이 최적으로 작동하는지 확인해야하나, 버너, nebulizer, 임팩트 비드 위치뿐만 아니라 불꽃 조성 등에도 특히 주의를 기울여야 합니다. 버너는 불꽃 원자화기로부터 유래한 최대한의 분석물질 집단이 입사 광선에 노출되도록 정렬되어야 합니다. 애질런트 AAS 시스템에 포함된 버너 정렬 카드는 버너의 최적 위치 설정을 용이하게 하는 표적 영역이 있습니다. 버너가 제 위치에 있고 표준물질이 약 5mL/분의 속도로 적절히 분무된 상태에서 최대 출력 신호를 모니터링하면서 높이, 회전, 가로축 위치 등을 조절해 버너의 위치를 최적화합니다. 비슷한 방법으로 임팩트 비드 위치도 표준물질 용액이 흡입되는 동안 결과 신호에 기초해 nebulizer에 가깝거나 멀게 조절하여 감도를 최대화할 수 있습니다. 불꽃 원자화기에 nitrous oxide-acetylene 가스 혼합물을 사용하는 AAS 시스템의 경우, 최적의 신호 강도를 위해 아세틸렌의 유속을 최고 8L/분까지 높일 수 있습니다. 이렇게 높은 아세틸렌의 비율은 Al, Mo, Si와 같은 nitrous oxide-acetylene 불꽃을 필요로 하는 내화성의 원소를 다룰 때 좋은 “풍성한” 불꽃(그림 2)을 얻기 위해 필요합니다.



빈약한 불꽃
아세틸렌 유속 감소



화학량론



풍부한 불꽃
아세틸렌 첨가

그림 2. Nitrous-oxide/acetylene 불꽃 최적화.

최적의 성능을 위한 램프 선택

AAS 성능을 향상시키기 위한 방법은 중공 음극관 램프의 적절한 선택과 최적화입니다. 애질런트의 중공 음극관 램프는 코드화된 종류와 코드화 되지 않은 종류가 모두 있으며, 코드화된 종류는 바닥에 추가 핀이 있어 애질런트 시스템에 의한 자동화된 원소 식별이 가능합니다. 코드화가 되지 않은 애질런트 중공 음극관 램프는 자동 원소 인식 기능을 제공하지 않으나, 일반적으로 최고의 가성비를 자랑하며, 대부분의 타사 AAS 기기와 호환됩니다 (PerkinElmer는 제외, 애질런트는 PerkinElmer AAS 기기를 위한 다른 여러 종류의 램프도 제공합니다). 애질런트 UltrAA 램프와 같은 높은 강도의 램프는 우수한 소스 방출과 낮은 베이스라인 노이즈로 인해 보다 우수한 분석물질 감도 및 낮은 감도 한계를 갖추고 있기 때문에 미량 분석에 적합합니다. 애질런트 램프의 뛰어난 수명은 기존의 중공 음극관의 경우 >5000mAh, UltrAA 램프의 경우 >8000mAh로, 이는 가스 충전을 최대화하고 높은 물질 순도를 유지하는 특허 프로세스 덕분에 가능합니다. 이에 따라 애질런트 중공 음극관 램프가 설치된 AAS 시스템은 안정적인 광원

및 낮은 노이즈의 스펙트럼의 이점을 통해 일관되고 정확한 측정을 제공합니다. 애질런트 중공 음극관 램프의 장단기 안정성은 경쟁사 대비 애질런트 램프의 예측 가능한 양태에 대한 확신을 제공합니다 (그림 3). 이와 비슷하게 더 저렴한 타사 램프와 비교했을 때 애질런트 중공 음극관 램프는 매우 경쟁력있는 측정 범위와 낮은 검출 한계를 보이며, 이는 납과 카드뮴의 2가지 예시 원소에 대해 나타나 있습니다(그림 4).

중공 음극관 램프에 대한 또 다른 오해는 단일 원소 램프와 다원소 램프 중 하나를 선택해야 한다는 것입니다. 단일 원소 램프를 선택하는 이유는 종종 다원소 램프의 수명이 짧고 분석 성능도 떨어진다는 선입견 때문이지만, 실제 데이터는 이러한 오해를 불식시키고 있습니다. 애질런트가 제공하는 다양한 종류의 다원소 램프(Co/Mo/Pb/Zn, Cu/Zn, Na/K, Ag/Cd/Pb/Zn, Cr/Co/Cu/Fe/Mn/Ni 조합 등)는 모두 7500mAh 이상 또는 기존 단일 원소 공중 음극관 램프의 1.5배에 이르는 수명을 갖추고 있습니다. 따라서 다원소 램프는 그림 5와 같이 권장 작동 조건을 사용하여 작동했을 때 유사한 분석 감도와 측정 정밀성을 보인다고 할 수 있습니다.

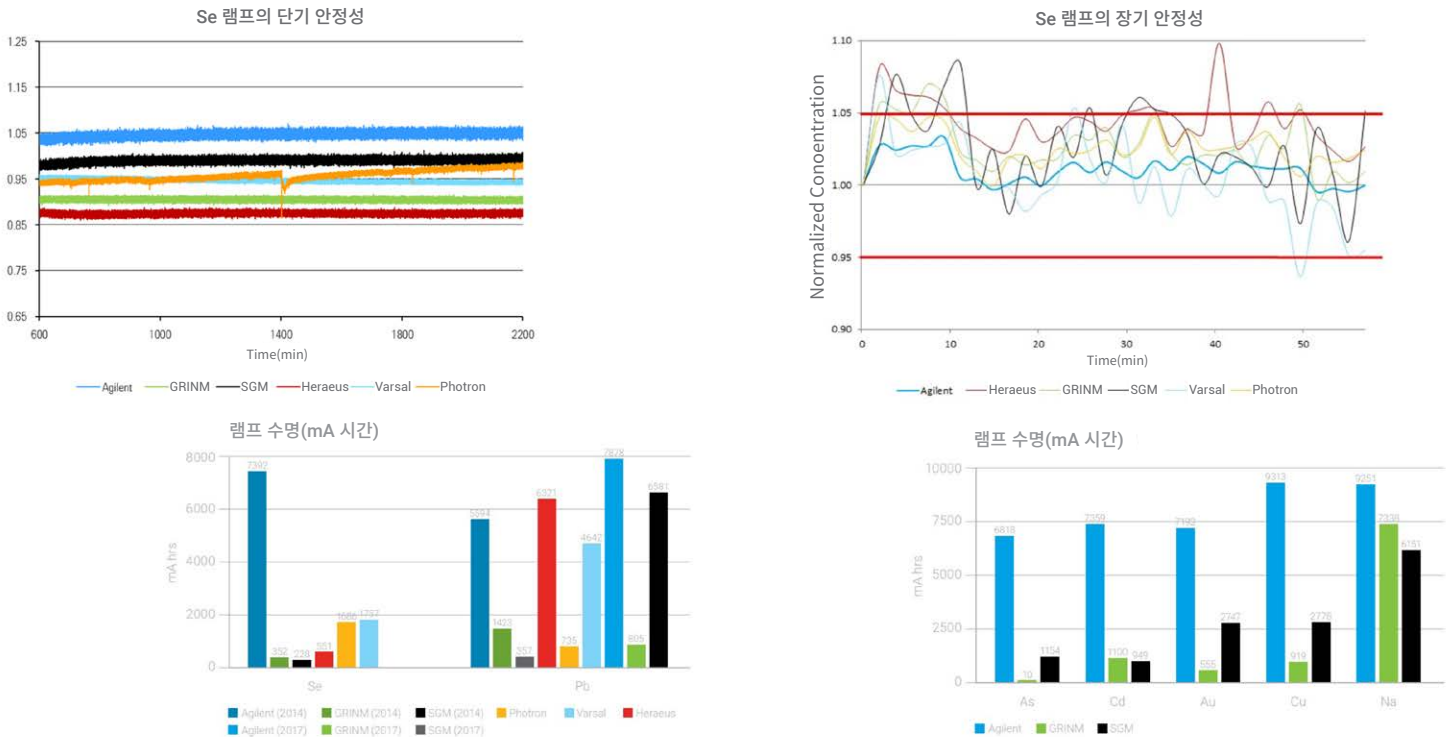


그림 3. 애질런트 HC 램프의 성능. 10분간의 예열 후 측정된 단기 안정성, 1시간에 걸쳐 반복적으로 우수한 S/N을 제공하는 표준물질을 판독하여 측정된 장기 안정성. 램프 수명은 램프가 고장날 때까지 계속 작동시켜 측정하였습니다.

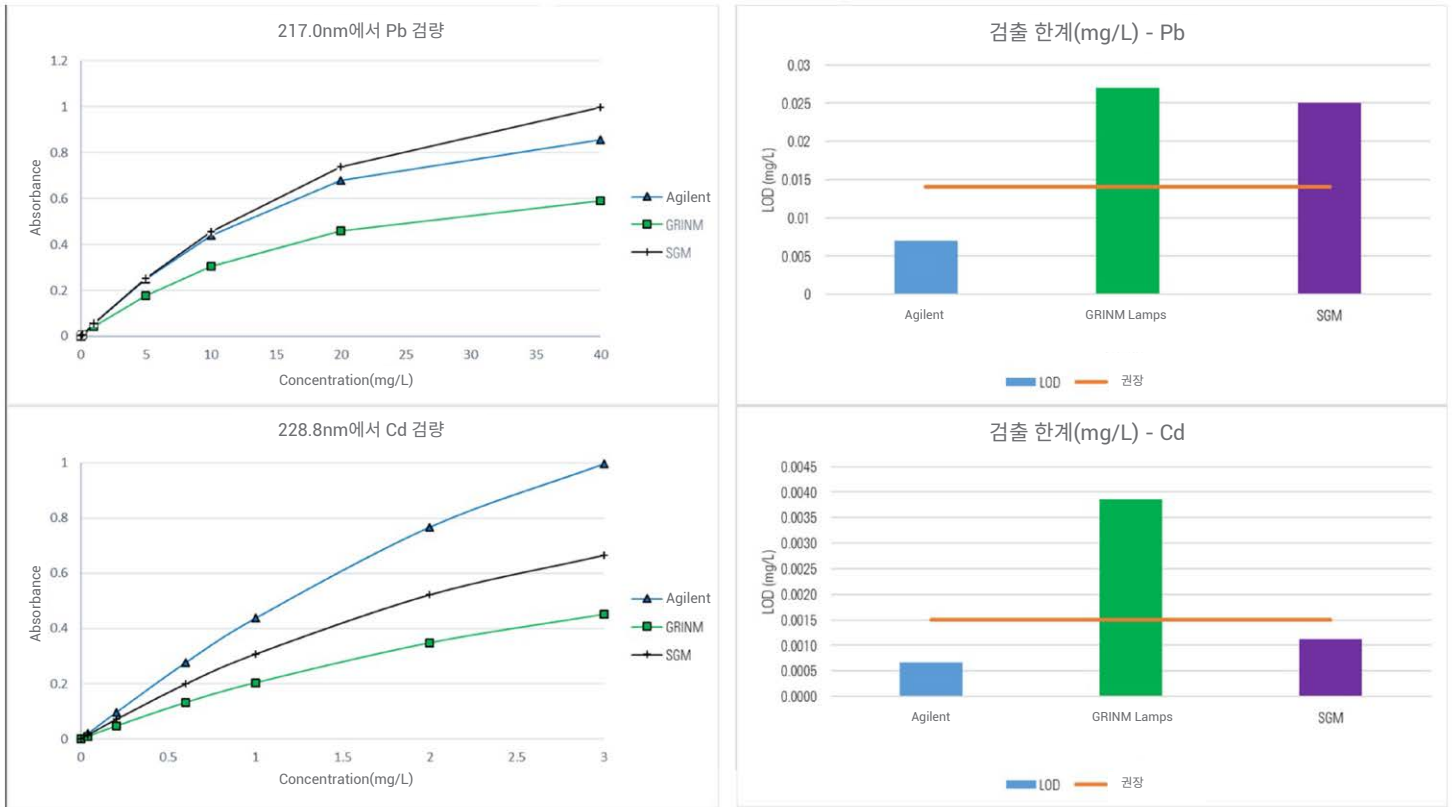


그림 4. 애질런트 HC 램프의 성능. Pb와 Cd의 검량선 비교. 기기 검출 한계(3시그마) 역시 표시되어 있습니다.

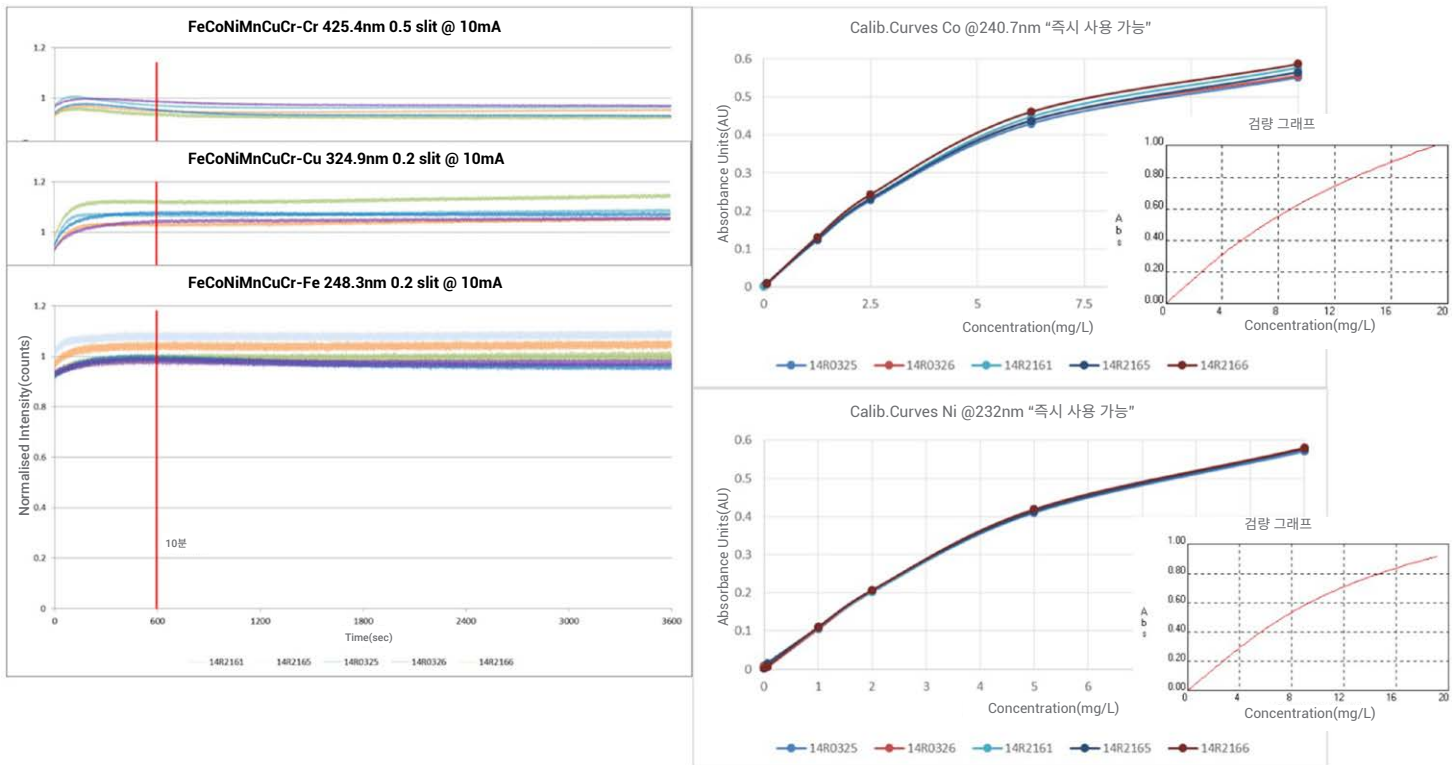


그림 5. 다원소 HC 램프. Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni에서의 성능은 10분 예열 후 우수한 안정성을 나타냈으며, 불꽃 AAS "cookbook"에 기재된 각 원소별 예상 성능과 일치합니다.

흑연로 AAS 시스템의 성능 최대화

AAS의 가장 일반적인 방식은 불꽃 원자화이지만, 다른 원자화 기술인 흑연로 AAS는 불꽃 AAS에 비해 더 우수한 감도를 제공하며, AAS를 이용한 미량 금속 분석 응용에서 우선적으로 사용됩니다. 불꽃 AAS와 마찬가지로, 흑연로 AAS 시스템은 인증 표준물질로 만들어진 정확한 검량 표준물질 제조 및 중공 음극관 램프의 최적화를 통해 이점을 얻습니다. 그러나 시료 주입 파라미터, 연로 온도 프로그래밍 및 흑연로 AAS 플랫폼 고유의 기타 속성들을 포함하여, 몇가지 최적화 요인을 흑연로 시스템에 특별히 맞추어야 합니다. 흑연로에 시료를 주입하려면 작업헤드 위치가 광원 빛이 흑연 튜브의 중심을 통과하는 데 적절한지 확인해야 합니다. 이는 작업헤드 없이 램프를 정렬하고, 작업헤드의 위치를 잡은 후 전체 정렬을 재확인하면 됩니다. 주입 과정 자체는 사전에 이소프로판올로 외부를 세척한 분주 캐필러리의 팁을 이용해 연로 안으로 주의깊게 조정된 깊이에서 이루어져야 합니다. 흑연로 AAS 자동 시료 주입기에 사용되는 행굼 용액은 10방울의 질산과 5방울의 적절한 계면활성제(예: Triton X-100)를 첨가해 산성화하기를 권장합니다. 이는 주입 간에 분주 캐필러리를 세척하고 분주 속성을 개선시키는 데 도움이 됩니다. 흑연로 온도 프로그램의 경우, 최적화를 위해서는 우선 침전된 용액이 끓지 않고 일관되게 서서히 건조되도록 시료 건조 조건을 조절해야 합니다. 매트릭스 제거는 회화 단계 과정에서 가능하며, 회화 온도는 매트릭스에 따라 달라집니다. 목표는 흑연 튜브 내의 분석 물질을 유지하면서 최대한의 매트릭스를 제거하는 것입니다. 또한 분석 물질 원자화는 빠른 가열과 함께 진행되어야 강한 신호를 얻을 수 있습니다. 최적의 회화 및 원자화 온도는 애질런트 흑연로 AAS 기기의 소프트웨어에 내장된 SRM Wizard를 통해 자동으로 결정할 수 있습니다. SRM Wizard는 12회의 실험 결과를 기반으로 하는 수학 모델을 사용하여 특정 시료 매트릭스에 대한 최적의 회화 및 원자화 온도를 결정합니다. 이러한 시스템을 사용하기 전에, 흑연 튜브는 가능한 모든 표면 오염을 제거하고 분석을 위해 튜브를 준비하는 동시에 튜브 내부를 선택된 변형제(분석법에서 선택하였을 경우)로 코팅해 원자화 효율을 개선하도록 컨디션닝 되어야 합니다. 이렇게 하면 분석을 시작할 때부터 효과적으로 작동합니다.

결론

불꽃 및 흑연로 AAS는 모두 감도와 정확성이 뛰어난 시스템이지만, 다른 모든 기기처럼 적절한 유지보수와 최적화 절차를 거쳐야 최고의 성능을 유지할 수 있습니다. 시료 주입 및 분무, 정확한 분석 표준물질 제조, 시스템 작동 파라미터 최적화, 중공 음극관 램프 선택 등은 모두 시스템 성능을 유지하고 가동 중단 시간을 최소화하는 데 중요한 요소들입니다.

추가 정보:

Agilent 원자 분광기 리소스 허브

explore.agilent.com/spectro-resource-hub

www.agilent.com/chem

DE44413.8783449074

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
2021년 8월 9일, 한국에서 인쇄
5994-3979KO

한국애질런트테크놀로지스(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

