

FACT Spectral Deconvolution 소프트웨어를 사용한 복잡한 시료의 실시간 스펙트럼 보정

Agilent 5800 및 5900 ICP-OES



서론

이상적인 경우에 ICP-OES 기기는 시료 타입에 무관하게 무한한 스펙트럼 분리능, 각 원소에 대한 최고 감도의 방출선을 제공하며 스펙트럼 간섭의 영향을 받지 않습니다. 복잡한 시료 매트릭스의 경우에는 이렇게 완벽한 결과를 제공하지 못할 수 있습니다. 하지만 Agilent Fast Automated Curve-fitting Technique(FACT)은 이 이상적인 상황을 현실로 구현합니다. 이를 위해 고도로 정교하면서 사용하기 쉬운 스펙트럼 모델링 기법을 적용하여 ICP-OES로 까다로운 시료 매트릭스를 분석할 때 자주 관찰되는 복잡한 분석 스펙트럼을 정확하게 모델링합니다.

FACT의 이점은 분석물질 파장에 근접한 심각하게 중첩되는 피크를 정확하게 보정하는 기능에 있습니다. FACT 모델은 분석 데이터 수집 전 또는 후에 손쉽게 수집되므로 시료에서 발생하는 어떠한 과제라도 확실히 처리할 수 있습니다. 또한 FACT는 추가 시료 전처리,

시료 재분석 또는 방대한 데이터 결과를 대상으로 한 오차 검색의 필요성을 제거하여 귀중한 시간을 절약해 줍니다.

FACT는 Inter element correction(IEC, 원소 간 보정)에 대한 더 간편하고 더 강력한 대안입니다. 또한 매우 복잡한 백그라운드 구조가 관찰되고 전통적인 백그라운드 보정 기법이 적합하지 않은 경우 특히 유용한 정확한 백그라운드 보정 기능을 제공합니다.

FACT의 작동 방식

FACT는 첨단 스펙트럼 모델링 기법을 사용하여 실시간으로 스펙트럼을 보정해서 원래의 시료(raw) 스펙트럼에서 분석 시그널을 수학적으로 deconvolute(분리)합니다. 모델은 예상되는 구성 요소를 별도로 측정하고 각각에 대한 스펙트럼을 측정함으로써 구축됩니다.

여기에는 일반적으로 세 가지 용액의 측정이 포함됩니다.

1. 바탕 용액
2. 순수 분석물질 용액
3. 순수 간섭 용액

피크를 수학적으로 설명하기 위하여 각 스펙트럼 구성 요소 모델을 분석하여 가우스 곡선에 맞춥니다. 그 이외의 구조는 잔여물로 검사하고 잔여물이 많은 경우에는 추가된 가우스 곡선에 맞출 수 있습니다. 그 다음, 모델 구성 요소는 가우스 곡선의 피크와 상대적으로 작은 잔여물 곡선의 합으로 나타납니다. 전체 파장 범위에서 플라즈마 기반의 6개 방출선을 모니터링하여 모델 생성과 적용 사이를 분석할 때 발생할 수 있는 미세한 파장의 배출(offset) 또는 이동(drift)을 설명합니다. 이것은 장기간 사용을 위한 모델에 대한 파장의 정확도를 유지합니다.

IEC와 달리 각각의 용액에서 분석물질과 간섭물질의 농도를 알 필요가 없습니다. 용액 농도는 신호 피크를 백그라운드에서 쉽게 구분할 수 있을 정도로만 높으면 됩니다(일반적으로 검출 한계의 50배).

그림 1의 예제는 훨씬 더 감도가 낮은 214.445nm 철 방출선에 의해 부분적으로 간섭을 받은 카드뮴 214.439nm 방출선에 대한 모델 구축을 보여줍니다. 토양 시료 분석에서 흔히 발생하는 것으로, 높은 철 농도로 인해 극미량 카드뮴의 정확한 판단을 흐릴 수 있습니다.

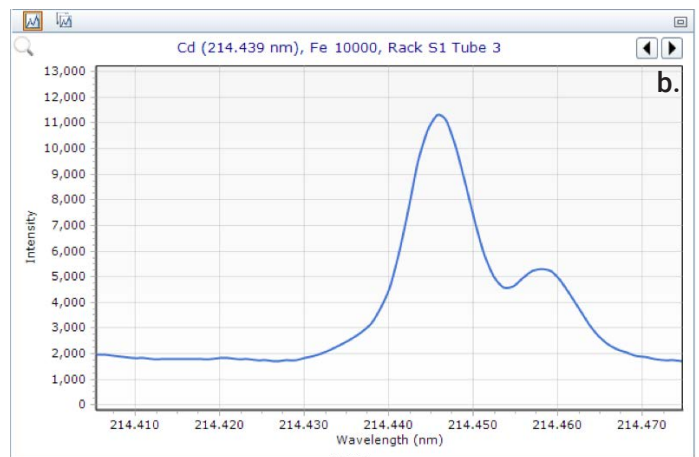
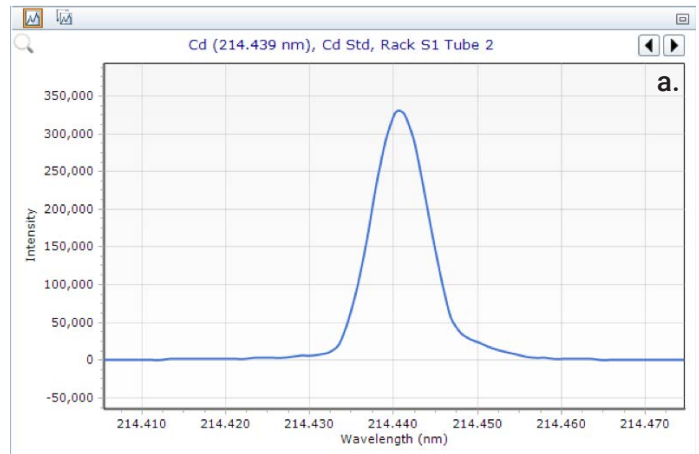


그림 1. a) 10mg/L 카드뮴 분석물질 용액의 FACT 모델.
b) 10,000mg/L 철 간섭 용액의 FACT 모델

모델이 구축되는 즉시 모든 시료 결과가 업데이트됩니다. 분석물질에 최대 10개의 간섭 모델을 적용할 수 있으며, 향후 분석을 위해 모든 모델은 분석법 간에 전송이 가능합니다.

피크 분리 <1pm

ICP-OES의 광학 해상도 특성은 광학 시스템의 물리적 특성에 의해 결정되며, full-width at half maximum(FWHM)로 정의됩니다. 이는 피크 신호 강도의 절반에서 분석물질 피크의 폭을 나타냅니다. 그림 2에서 Cd와 Fe 피크를 분리하는 거리는 약 6pm이며 일반적으로 이는 ICP-OES 광학 시스템에서 완전히 확인할 수 없는 수준입니다. 그림 2 예제에서 FACT는 <2% RSD의 정밀도와 정확도로 두 개의 피크를 수학적으로 분리할 수 있습니다. FACT는 0.6pm에서도 <5% RSD의 정밀도(및 정확도)까지 분석물질 농도를 확인할 수 있으며 이는 기기의 광학 해상도에 비해 10배 이상 개선된 수치입니다(그림 3a).

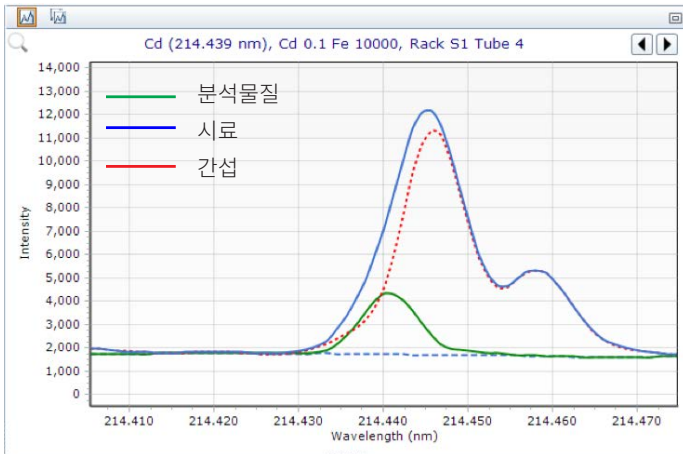


그림 2. Fe의 간섭을 받는 Cd 214.439nm에 적용된 FACT 모델의 예. 10,000mg/L Fe에 약 100µg/L Cd를 포함한 용액을 애질런트 ICP-OES에서 분석

분석물질과 간섭 피크가 정확히 똑 같은 파장에서 직접적으로 중첩될 때 일반적으로 다른 파장을 선택하는 방법이 선호됩니다. 그러나 FACT는 간섭과 관련된 추가 스펙트럼 정보가 근처에 있으면 직접 중첩되는 간섭 피크를 정확하게 보정할 수 있습니다. 그림 1b에서 철 214.445nm의 중첩 피크는 카드뮴 214.439nm과 부분적으로 중첩되지만 214.457nm의 두 번째 Fe 피크를 사용하면 직접 중첩되는 분석물질과 간섭 물질 피크를 정확하게 보정하는 것이 가능할 것입니다.

백그라운드 보정에 FACT 사용

분석물질 피크상의 스펙트럼 간섭은 특히 유기 용매의 경우 용매 자체에 의해서도 발생할 수 있습니다. 유기 용매에 희석된 시료를 분석할 때 탄소에서 나오는 방출은 중요 원소의 검출을 간섭하는 것으로 잘 알려져 있습니다. 예를 들어 오일 내의 마모 금속 분석에서는 복잡한 백그라운드 구조가 나트륨 및 칼륨의 검출 한계를 저하시킵니다. 전통적인 백그라운드 보정 기법으로는 분석물질 피크 아래에서 충분한 정확도 또는 정밀도로 백그라운드 신호를 효과적으로 판단할 수 없습니다. FACT를 사용하여 이 복잡한 백그라운드 구조를 모델링하면 분석물질 신호에 대한 훨씬 더 정확한 측정이 가능합니다. FACT는 Jet-A와 같은 등유 기반 용매에 용해된 오일 내의 나트륨을 측정함으로써 정량 한계를 대폭 낮출 수 있습니다.

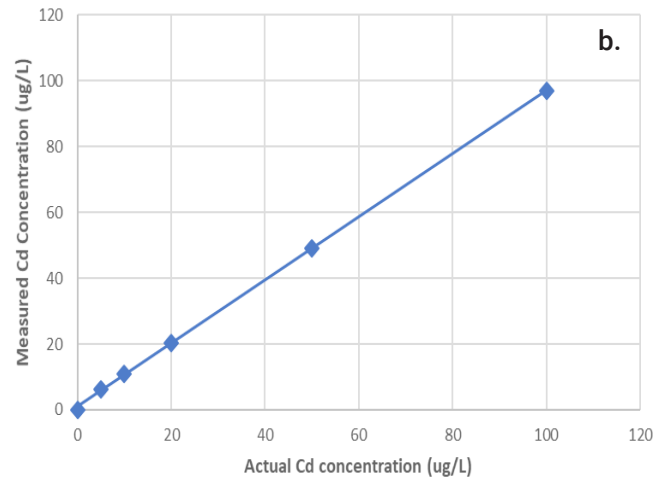
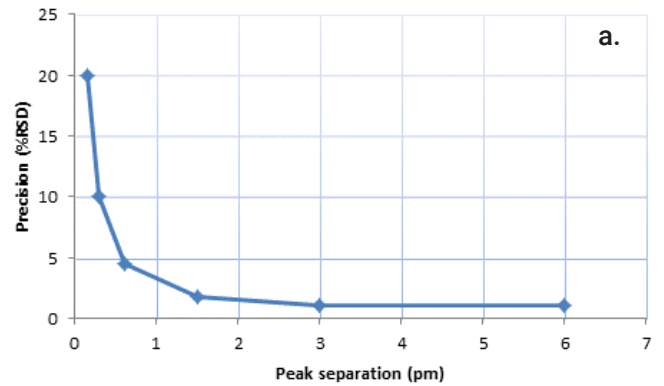


그림 3. a)FACT 보정 후, 피크 분리 함수로 표시된 측정된 카드뮴 농도의 정밀도 (50회 반복 측정). b)철 간섭에 대해 다양한 레벨에 측정된 카드뮴 농도 정확도

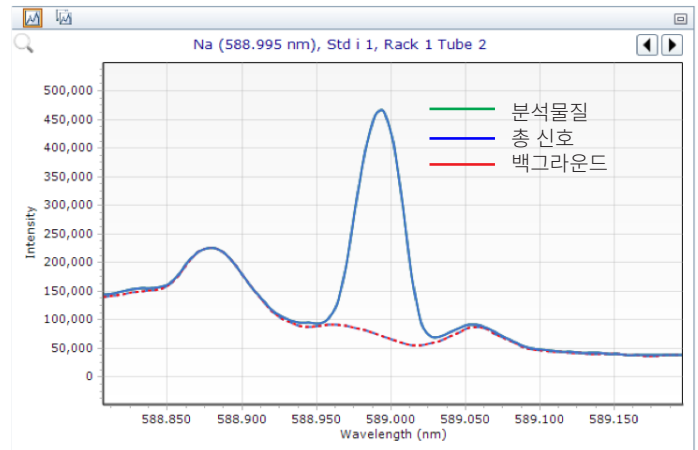


그림 4. FACT를 사용하여 오일 내의 저수준 나트륨(Jet A에 희석됨)에 대해 정확한 백그라운드 보정 수행

귀금속 분석

귀금속 채굴 및 정제 시 사용하는 platinum, palladium, rhodium, iridium, ruthenium 및 osmium과 같은 고농도의 금과 백금족 원소 (PGMs)를 함유한 시료와 구리, 크롬, 니켈, 코발트, 철 및 아연을 포함한 비금속을 ICP-OES로 분석하는 경우가 많습니다. 가능한 스펙트럼 간섭을 보정하기 위해 일반적으로 IEC가 사용되며, 여기에는 각 분석물질/간섭 조합에 대한 간섭 요인을 파악하기 위해 알려진 농도에서 모든 원소의 단일 원소 용액에 대한 분석이 포함됩니다. 파장 선택이 적절하면 대부분의 원소는 스펙트럼 간섭의 영향을 받지 않지만, 이러한 고농도 시료에서는 모든 간섭을 다 피하기는 어려울 수 있습니다.

224.268nm 및 212.681nm에 주 방출선이 있는 이리듐은 FACT를 사용하는 것이 유리한 것으로 입증된 중요한 귀금속입니다. 이 두 파장은 이리듐에 대해 가장 낮은 검출 한계를 제공하지만 스펙트럼 간섭에 취약합니다. 보정이 없으면 구리, 금, 로듐을 포함한 시료에 있는 다른 고농도의 귀금속 및 비금속으로 인해 부정확한 결과가 나타날 수 있습니다.

이리듐 224.268nm

이리듐 224.268nm 선은 224.262nm의 매우 강한 구리 방출선의 간섭을 받습니다(그림 5a). 피크 분리는 6pm으로, 보정이 없을 경우 이리듐 대비 중간 농도의 구리도 부정확한 결과를 얻을 수 있습니다. 구리 간섭보다는 훨씬 더 약하지만 더 가까이 중첩되는 금과 니켈 방출선 역시 >1000mg/L 농도에서 식별이 가능합니다. FACT는 이리듐 분석물질 및 구리 간섭을 모델링함으로써 구리 간섭을 정확히 보정할 수 있습니다. 피크 분리가 2pm에 불과하지만 FACT는 금 간섭을 성공적으로 보정합니다(그림 5b). 그림 6c는 이리듐에 대한 금과 로듐 간섭의 FACT 보정을 보여주며, 여러 간섭의 정확한 보정을 제공하는 데 있어 FACT의 이점을 보여줍니다. 간섭하는 금 피크는 기본적으로 이리듐 분석물질에서 해결되지만 강한 간섭 신호의 피크 테일링은 분석물질에 대한 부정확한 백그라운드 보정으로 이어질 수 있습니다. FACT는 이러한 문제를 손쉽게 반영하며, 어렵고 복잡한 시료 매트릭스의 분석을 안심하고 분석할 수 있게 해주는 강력한 소프트웨어 도구입니다.

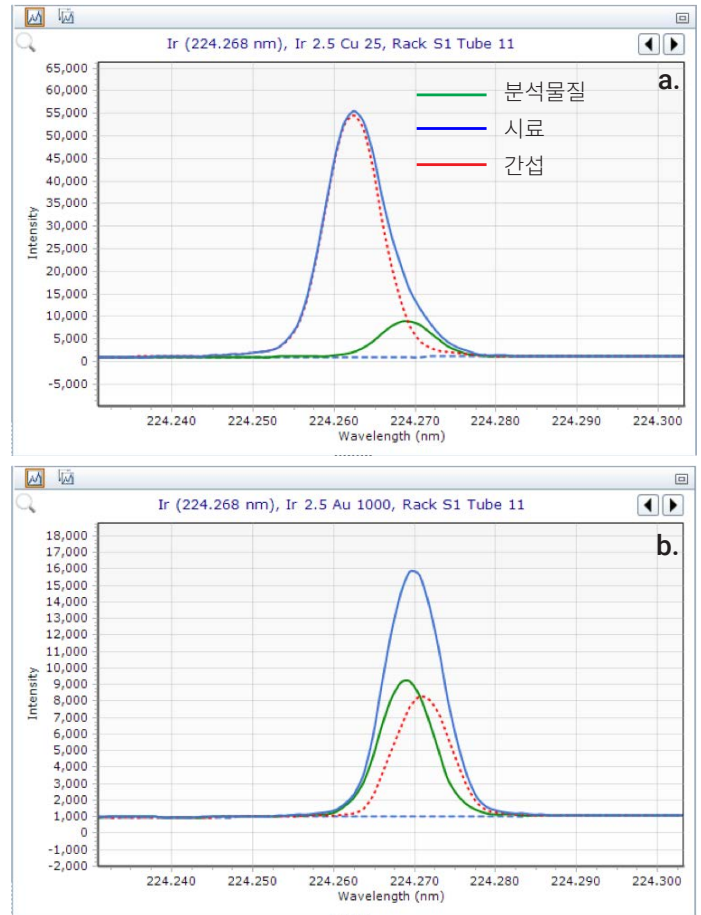


그림 5. a)25ppm 구리 내 2.5ppm 이리듐의 FACT 모델. b)1000ppm 금 내 2.5ppm 이리듐의 FACT 모델

이리듐 212.681nm

구리의 스펙트럼 간섭은 없지만 비교적 강한 금 방출선이 212.681nm의 이리듐 선 근처에 위치합니다(그림 6a). 이리듐 분석물질과 금 간섭 피크는 완전히 확인되지만 이리듐 농도를 측정할 때 금 신호의 강도는 여전히 정확성을 저하시킬 수 있습니다. 훨씬 더 약한 로듐 212.675nm 방출선도 이리듐 212.681 라인과 부분적으로 중첩됩니다(그림 6b).

그림 6c는 이리듐에 대한 금과 로듐 간섭의 FACT 보정을 보여주며, 여러 간섭의 정확한 보정을 제공하는 데 있어 FACT의 이점을 보여줍니다. 간섭하는 금 피크는 기본적으로 이리듐 분석물질에서 해결되지만 강한 간섭 신호의 피크 테일링은 분석물질에 대한 부정확한 백그라운드 보정으로 이어질 수 있습니다. FACT는 이러한 문제를 손쉽게 반영하며, 어렵고 복잡한 시료 매트릭스의 분석을 안심하고 분석할 수 있게 해주는 강력한 소프트웨어 도구입니다.

요약

FACT는 첨단 스펙트럼 모델링 기법을 사용하여 실시간으로 스펙트럼을 보정해서 원래의 시료(raw) 스펙트럼에서 분석 시그널을 수학적으로 분리합니다. 원소 간 보정보다 더 단순하고 강력한 대안인 FACT는 정확한 백그라운드 보정을 제공하여 스펙트럼이 복잡한 시료를 안심하고 분석할 수 있게 해줍니다.

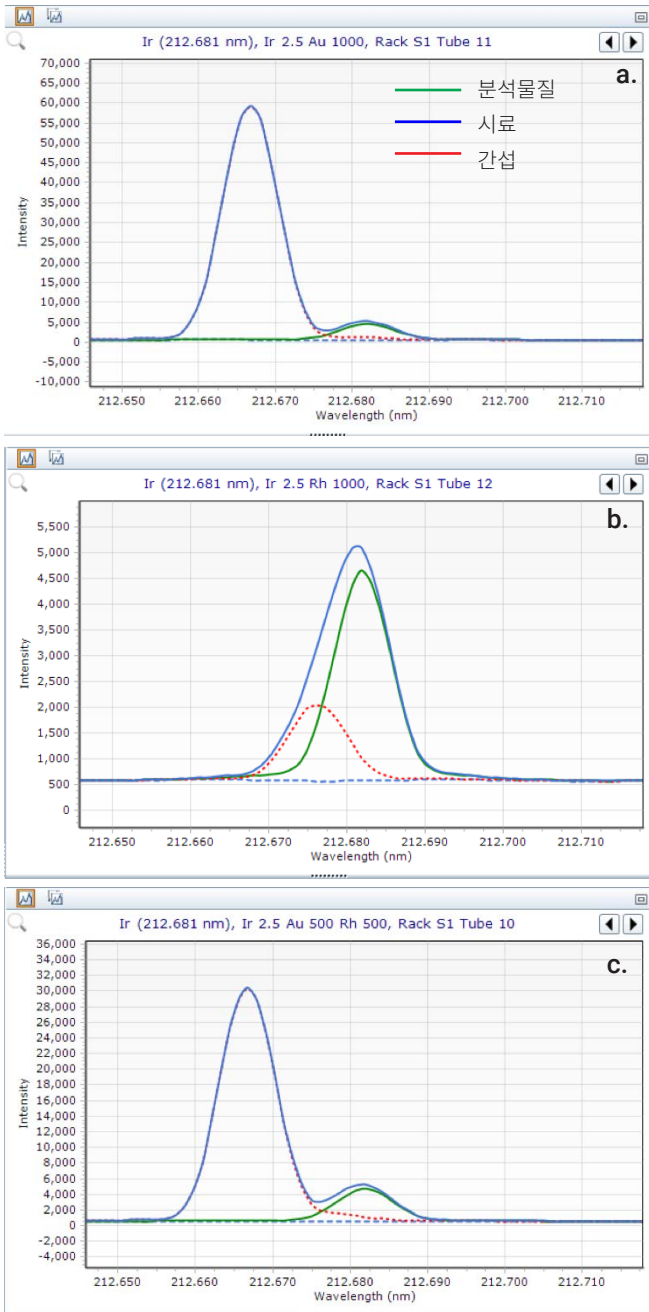


그림 6.a) 1000ppm 금의 2.5ppm 이리듬에 대한 FACT 모델. b) 1000ppm 로듐의 2.5ppm 이리듬에 대한 FACT 모델. c) 500ppm 로듐 및 금의 2.5ppm 이리듬에 대한 FACT 모델.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 12월 19일, 한국에서 인쇄
5991-4837KO

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