

주요 개요

AA 문제해결 및 유지보수 가이드



상호 협력



Agilent Technologies

SeparationScience
PREMIER LEARNING FOR ANALYTICAL SCIENTISTS

주요 개요

AA 문제해결 및 유지보수 가이드

작성자: Eric Vanclay

분광기 소모품 제품 마케팅 관리자, Agilent Technologies, Australia

최고의 성능을 제공하도록 원자 흡수 기기를 최적화하고 유지보수 SOP를 견고하고 신뢰할 수 있는 상태로 유지할 수 있는 팁, 요령 및 유용한 조언

[발표 보기 >](#)

서론

본 문서는 분석을 개선할 수 있도록 원자 흡수(AA) 기기를 관리 및 유지보수하는 데 도움이 될 수 있는 몇 가지 실용적인 팁과 요령을 제공하는 것을 목적으로 합니다. 문제해결과 유지보수에 도움이 되는 지침이 제공됩니다. 일부 팁은 여러분에게 익숙할 수 있지만 기기의 성능, 응용 분석 또는 사용 편의성을 개선할 수 있는 새로운 유지보수 팁 또는 문제해결 지침과 관련된 몇 가지 새로운 아이디어도 포함되어 있습니다.

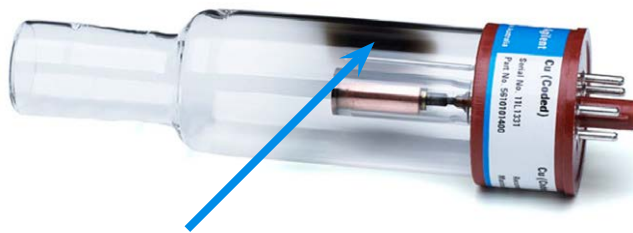
Agilent Technologies는 다양한 마켓에서 실험실 관리자를 대상으로 하는 독립적인 설문조사를 실시했습니다. 이 설문조사의 주된 목적은 실험실 관리자의 고충을 이해하고 가장 시급한 우려사항을 알아내는 것입니다. 이 설문조사는 Frost & Sullivan이 독일, 영국, 미국 및 캐나다의 4개 국가에서 30분 온라인 설문지를 통해 실시했습니다. 경험, 회사 규모, 역할 및 주요 기능이 각기 다른 총 700명이 설문조사에 참여했습니다.

실험실 관리자들은 주로 기기 유지보수 및 시험 요건의 복잡성 증가에 대한 대처와 관련된 문제에 직면해 있습니다. 전체 실험실의 절반 이상이 주당 500~1,000개의 시료를 처리하며, 설문조사 응답자의 45%가 현재의 처리 능력을 넘어서는 수준으로 시료 수를 늘려야 하는 압박을 받고 있다고 답했습니다. 생산성은 주로 시료를 전처리하는 데 소모되는 시간, 예정된 유지보수로 인한 기기 가동 중단 시간 또는 예정되지 않은 가동 중단 시간, 새로운 기기의 분석법 이전/검증에 의해 제한됩니다. 예정되지 않은 가동 중단 시간의 주요 원인을 선택하라고 요구했을 때 응답자들은 시료 전처리(78%), 기기 고장(64%) 및 작업자/기술자 오류(45%)와 관련된 문제를 언급했습니다. 흥미롭게도 이 설문조사에서는 5명의 응답자 중 한 명은 실험실 규모가 문제라고 여기며 그 중 75%는 공간 절약형 기기 디자인으로 이 문제를 극복할 수 있다고 믿는다는 사실을 강조했습니다.

속빈 음극관 램프

애질런트 속빈 음극관(HC) 램프는 코드화된 형식과 코드화되지 않은 형식으로 제공됩니다. 코드화된 램프의 바닥에는 추가 핀이 있어 기기가 램프로 분석할 수 있는 원소를 식별할 수 있습니다. 다시 말해서, 램프가 기기의 잘못된 위치에 설치된 경우에도 기기가 램프를 찾고 자동으로 시작할 수 있습니다. 코드화되지 않은 램프는 최고의 가치를 제공하며 모든 애질런트 AA 시스템과 다른 제조업체의 대부분의 AA 시스템과 호환됩니다 (PerkinElmer 및 Shimadzu 제외). 또한 애질런트는 감도를 높이고 검출 한계를 낮추기 위해 UltrAA 램프로 알려진 다양한 고강도 급속 방전 램프를 제공합니다. 이러한 UltrAA 램프는 표준 램프 전류를 사용하지만 램프 내에 추가 급속 방전을 적용해 방출 강도를 높입니다. 부스트 전류는 기기에 통합되거나 외부 모듈에서 제공되는 보조 제어 모듈에서 공급됩니다. Agilent UltrAA 램프는 기존의 AA용 램프를 대체할 수 있는 광범위한 고강도 급속 방전 속빈 음극관 램프입니다. UltrAA 램프는 대부분의 까다로운 불꽃, 퍼니스 및 증기 AA 분야의 검출 한계를 낮추며 다음과 같은 이점을 제공합니다.

그림 1



고유한 램프 처리로 인한 특유의 검정 "getter" 패치. 램프 처리 도중 침전된 음극 물질이 보일 수도 있습니다.

- 확장된 검량 범위 및 분석 정밀도 유지
- 8,000mA의 작동 시간을 초과하는 긴 램프 수명
- 간편하게 조작할 수 있는 플러그 앤 플레이 기능

Agilent Zeeman AA 시스템은 통합된(공장에서 장착됨) 제어 모듈을 특별히 포함할 수 있습니다. 다른 Agilent AA 시스템에 대한 현장 업그레이드가 제공되므로 폭넓은 호환성이 보장됩니다. UltrAA 고강도 램프 제품군은 모든 Agilent AA 기기에 사용할 수 있습니다. 까다로운 응용 분야에서 탁월하고 비용 효율적인 성능이 필요하다면 고강도 UltrAA 램프를 선택하십시오. Agilent UltrAA 램프는 대부분의 까다로운 AA 응용 분야의 검출 한계를 낮춥니다.

애질런트는 모든 PerkinElmer AA 시스템과 호환되는 광범위한 코드화된 50mm 램프도 제공합니다. 이러한 램프는 경제적인 운전 방식을 사용하며 PerkinElmer Lumina 순정 램프의 성능에 필적합니다.

애질런트 램프는 원자 흡수 사용자를 위한 여러 가지 이점을 제공합니다. 첫째, 전매 특허인 음극관 조성과

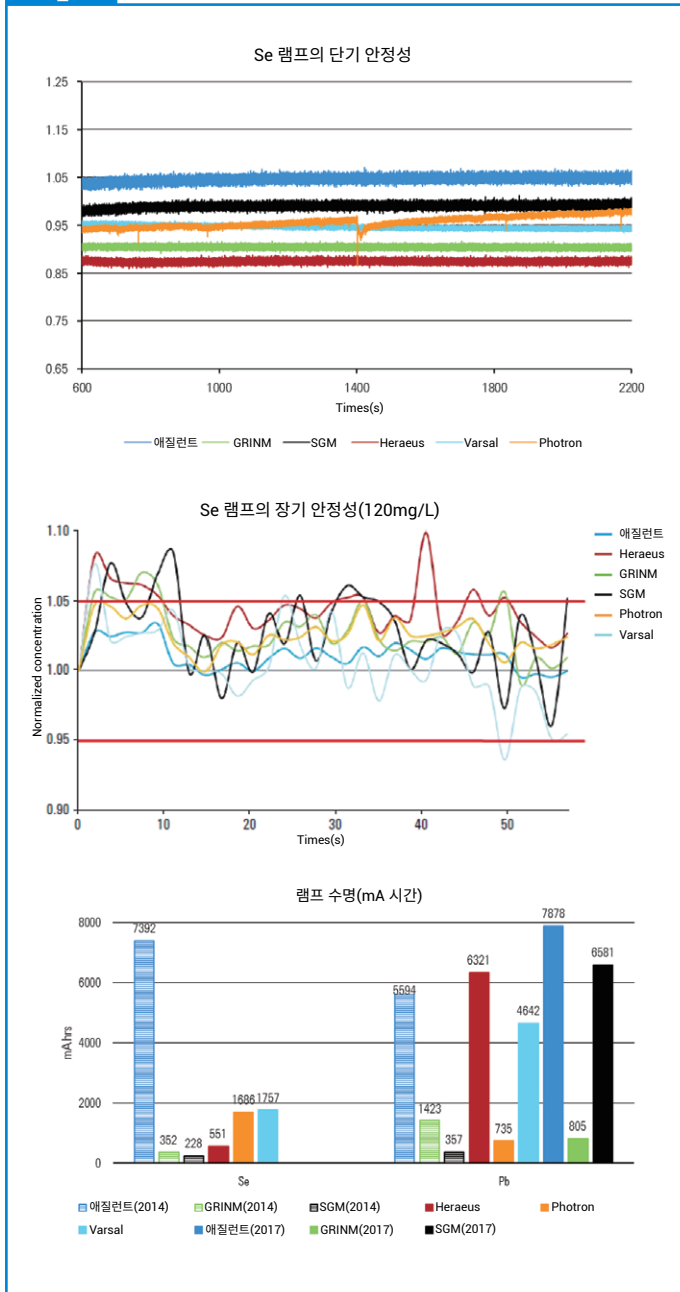
고유한 램프 처리 절차를 조합해 우수한 강도 및 감도, 낮은 노이즈, 장기적으로 안정적인 작동을 보장하여 최적의 성능을 제공합니다. 둘째, 애질런트 램프는 매우 긴 사용 수명을 보장하고 전매 특허인 음극관 조성으로 램프 내에서 최적의 가스 충진을 제공하도록 설계되었습니다. 애질런트 램프의 일반적인 수명은 5,000mA 작동 시간을 초과하므로 운영 비용과 램프 고장으로 인한 가동 중단 시간이 줄어듭니다. 세 번째는 우수한 안정성입니다. 애질런트 램프는 구매 후에 바로 사용할 수 있도록 미리 컨디션닝되어 있습니다. 따라서 처음에 램프를 컨디션닝하지 않아도 생산성이 향상되고 기기 성능이 최적화될 수 있습니다. 다음으로, 애질런트 램프는 향상된 스펙트럼 순도를 제공하도록 설계되었습니다. 그림 1에서 확인할 수 있는 것처럼 애질런트 램프에는 고유한 램프 처리 절차에서 기인하는 독자적인 검정 'getter' 패치가 있습니다. 이 패치는 활성화된 지르코늄으로 이루어진 얇은 층으로, 작동 중에 램프에 존재할 수 있는 불순물을 흡수해 램프의 수명 주기 동안 스펙트럼 순도를 개선할 수 있습니다. 마지막 이점은 품질입니다. 애질런트 램프는 ISO 9001 인증 환경에서 수작업으로 제조되며 입증된 처리 단계를 사용합니다. 모든 램프는 출고 전에 분석적으로 시험을 거쳐 애질런트의 까다로운 강도, 노이즈 및 안정성 표준을 충족하는지 확인합니다. 시험 장비는 정기적으로 검량합니다.

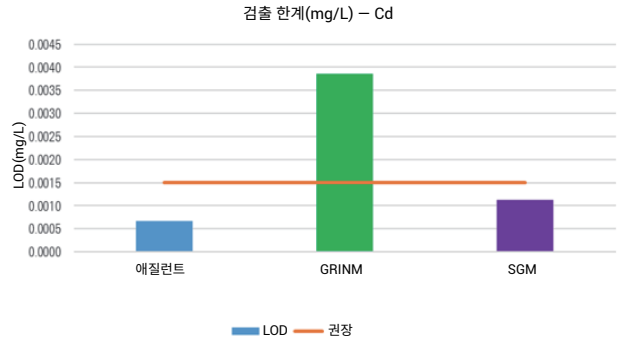
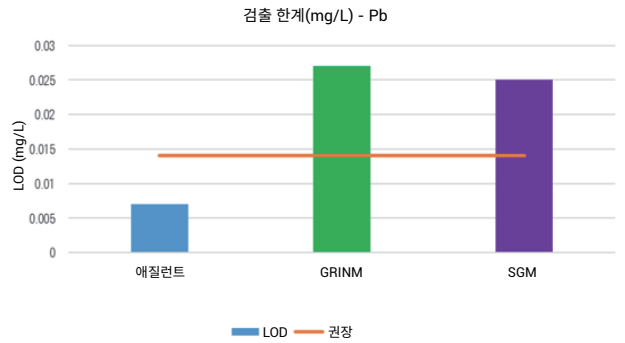
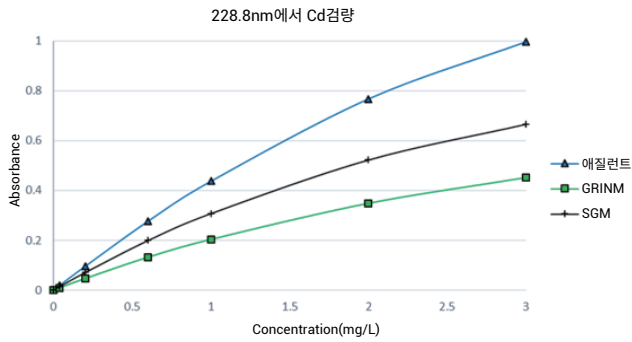
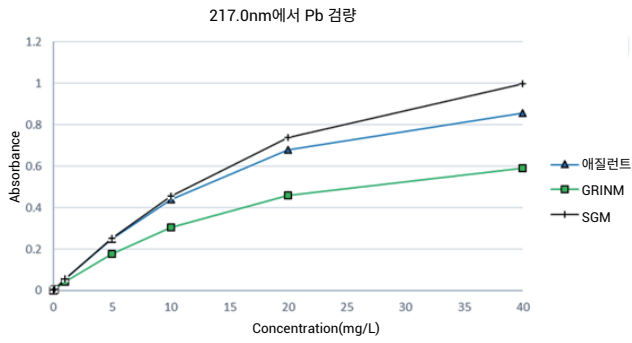
성능

Agilent HC 램프의 성능은 경쟁 분석을 통해 입증되었으며 <https://www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/Public/5991-5023EN.pdf>에서 확인할 수 있습니다. 안정화 시간이 지나치게 긴 램프 또는 결코 평형에 도달하지 않는 램프는 분석 시 문제를 일으킬 수 있습니다. 분석이 시작되면 램프 강도의 드리프트로 인해 분석 시그널이 변경되어 중대한 오류가 발생할 수 있습니다. 이는 드리프트가 시료 흡광도보다 높을 수 있는 극미량의 시료에서 특히 중요합니다. 그림 2는 애질런트 램프(밝은 파란색 표시)를 사용할 경우와 다른 경쟁 램프를 사용할 경우의 셀레늄(Se) 램프의 단기 안정성을 비교해서 보여줍니다. 이 안정성 실선은 10분의 예열 시간이 경과한 후에 표시됩니다. 대부분의 램프가 적정 수준의 안정성에 도달했지만 주황색 실선으로 표시된 램프는 결코 안정화되지 않은 상태로 표시됩니다. 120ppm 농도에서 검량 표준물질에 대해 측정된 흡광도를 기반으로 장기 안정성도 표시됩니다. 빨간색 실선은 제어 한계가 예상된 결과에서 ±5% 차이가 있음을 보여줍니다. 애질런트 램프(밝은 파란색)는 안정성이 >3% RSD로 가장 낮은 램프와 비교했을 때 이 1시간 동안 모든 측정에 대해 평균 정밀도로 <1% RSD의 가장 뛰어난 전체적인 안정성을 제공합니다.

아래 차트는 셀레늄(Se) 램프와 납(Pb) 램프의 램프 수명을 보여줍니다. 애질런트 램프(파란색)는 이러한 원소 모두에 대해 가장 긴 수명을 제공하며, 이는 유사한 경쟁사의 Se 램프 수명보다 4배 더 길고 유사한 경쟁사의 납 Pb 램프 수명보다 약 20% 더 긴 수치입니다.

그림 2





217.0nm에서 납(Pb)의 검량선을 비교한 결과가 그림 3에 표시되어 있습니다. 애질런트 램프는 SGM 램프의 성능에 준하는 우수한 감도를 제공합니다. 228.8nm에서 카드뮴(Cd)의 검량선을 비교한 결과도 표시되어 있습니다. 애질런트 램프는 최고의 감도와 직선성을 보여줍니다. 이러한 두 원소의 기기 검출 한계도 비교했습니다. 각각의 경우에 애질런트 램프는 특히 저가의 경쟁 램프보다 월등히 향상된 최고(또는 최저) 검출 한계를 제공했습니다.

또한 이 연구에서는 비소(As), 카드뮴(Cd), 금(Au), 구리(Cu) 및 나트륨(Na) 램프와 관련하여 애질런트 램프와 여러 주요 경쟁사 램프의 성능/수명을 검사했습니다. 애질런트 램프는 이러한 각 원소에 대해 가장 긴 수명을 제공하며, 이는 유사한 경쟁사의 대부분의 원소 램프 수명보다 2.5배 더 길고 유사한 경쟁사의 나트륨 램프 수명보다 약 25% 더 긴 수치입니다.

AA 기법을 적용한 다원소 램프 사용에 대해 잘못 알려진 내용이 몇 가지 있습니다. 예를 들어, 많은 사용자가 다원소 램프는 램프 수명이 더 짧고 분석 성능을 저하시킨다고 생각합니다. 애질런트는 단일 원소 램프 제품군과 유사한 성능을 제공하는 광범위한 다원소 램프를 제공합니다. 다원소 램프 제품군에서 확인한 것처럼 각 램프는 만족스러운 수명을 제공하므로 수명이 더 짧다는 믿음은 근거가 없음이 밝혀졌습니다. 성능과 관련하여 램프를 다원소 램프에 권장되는 전류로 작동할 경우 다원소 램프로 얻을 수 있는 감도는 단일 원소 램프로 얻을 수 있는 감도와 유사하다는 것을 확인할 수 있습니다. 검출 한계가 약간 저하될 수 있지만 그러한 변화는 비교적 작습니다. 다원소 램프의 성능 저하에 대한 우려 역시 근거 없는 믿음에 불과합니다.

그림 4에서는 Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni 분석에 사용되는 다원소 램프의 여러 원소에 대한 성능을 비교합니다.

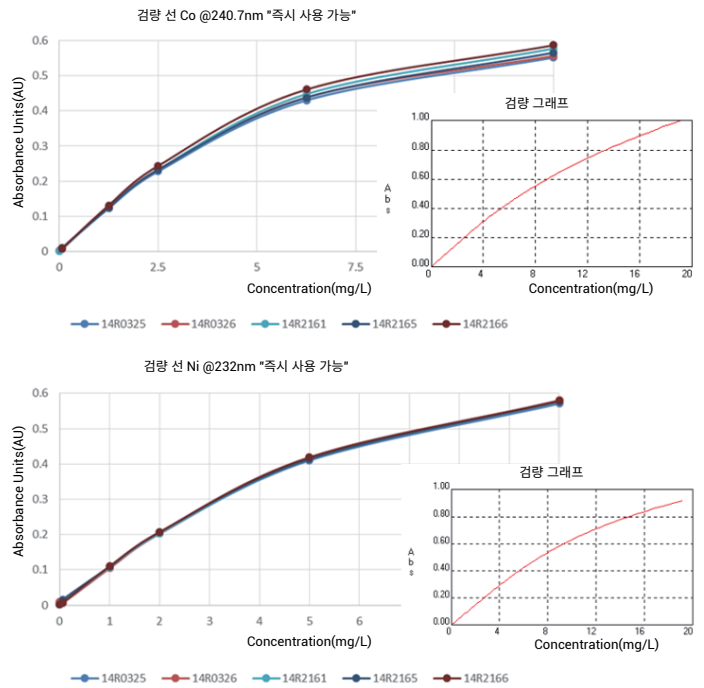
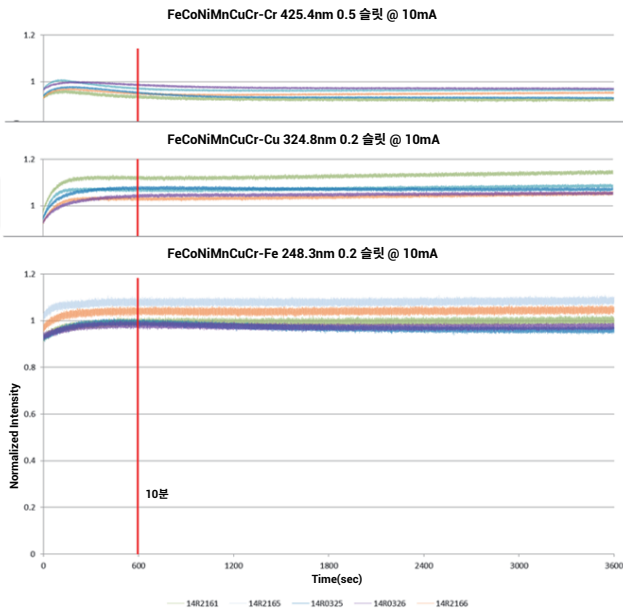
왼쪽에 실선으로 표시된 것처럼 각 원소의 단기 안정성은 초기 예열 시간이 경과한 후에 매우 우수하게 나타납니다. 오른쪽에는 불꽃 AAS cookbook에서 가져온 원소 목록의 예상 검량 그래프가 표시되어 있습니다. 더 큰 검량 그래프는 다원소 램프를 사용할 경우 해당 원소에 대해 얻을 수 있는 감도를 보여줍니다. 측정된 감도는 cookbook의 예상 성능과 일치합니다. 다원소 램프를 해당 램프 유형에 권장되는 조건에서 작동할 경우 성능 저하가 없음을 다시 한 번 확인할 수 있습니다.

작동 팁 및 권장사항

앞서 언급한 대로 다원소 램프는 종종 단일 원소 램프에 사용되는 것과는 다른 작동 조건이 필요합니다. 다원소 램프를 사용할 경우 램프 전류, 권장되는 슬릿 폭 및 심지어 권장되는 파장까지도 달라질 수 있습니다. 그러나 권장되는 조건에서 작동할 경우 다원소 램프의 성능은 동일합니다.

HC 램프를 사용할 경우 기억해야 할 몇 가지 사항이 있습니다. 첫째, 램프의 일반적인 관리 및 작동 방법을 고려합니다. 이 램프는 깨지기 쉬우므로 지나친 충격이나 스트레스를 피해야 합니다. 또한 램프의 끝에 있는 창을 통해 빛이 기기의 광학 시스템으로 들어가므로 이 창에 지문이 없는지 확인해야 합니다. 피부의 기름기가 이 표면에 묻으면 광학장치로 전달되는 빛이 줄어들어 성능이 저하될 수 있습니다. 이는 As, Se 및 Ni용 램프와 같은 UV 영역에 방출 파장이 있는 원소나 강도가 비교적 낮은 원소의 경우에 특히 중요합니다.

항상 출력이 안정화될 수 있도록 분석을 시작할 때 약 10분 동안 램프를 예열하고 이미 강조한 것처럼 권장되는 작동 조건에서 사용하는 것이 좋습니다. 애질런트 램프의 경우 이러한 조건이 바닥의 라벨에 표시되어 있어 편리하게 확인할 수 있습니다(권장되는 전류, 파장



및 스펙트럼 대역폭 포함). 램프를 사용할 때는 특히 최적화 도중 표시되는 '게인' 값 백분율을 비롯해 성능을 모니터링하는 것이 좋습니다. 이 값을 애질런트 웹사이트 (<https://www.agilent.com/en-us/support/icp-ms/kb005762>)에서 제공되는 일반적인 '게인' 값과 비교해야 합니다. 램프의 '게인' 값이 크게 변경될 경우 램프의 작동 수명이 다했음을 나타낼 수 있습니다. 흑연로와 함께 사용할 경우 광 경로의 흑연로 작업 헤드 없이 램프를 정렬하는 것이 좋습니다. 즉, 먼저 램프를 정렬한 다음 작업 헤드를 제자리에 놓고 흑연로 시스템의 작업 헤드를 통해 최대 광 처리량을 얻을 수 있도록 작업 헤드를 정렬합니다.

고려해야 하는 또 다른 유형의 광원 램프는 AA 시스템의 백그라운드 보정에 사용되는 중수소 램프입니다. 대부분의 AA 기기에서는 특히 200~400nm의 파장 범위에서 중수소 램프가 사용됩니다. 400nm 이상의 파장 범위에서는 사용 가능한 램프 출력이 없으므로 이 파장 범위에서는 중수소 램프를 사용하지 않습니다. 대부분의 백그라운드는 200~400nm에서 관찰됩니다. 애질런트 백그라운드 보정 시스템은 백그라운드에서 최대 2.5 흡광 단위까지 보정하고 판독 사이의 지연 시간이 2ms 미만으로 빠르게 보정하는 등 우수한 보정 능력을 갖추고 있으므로 백그라운드 보정을 사용할 경우 발생하는 보정 오류를 최소화할 수 있습니다.

다음은 중수소 램프에 대한 그 밖의 일반적인 질문입니다.

- 램프가 항상 켜져 있습니까? 현재 실행 중인 분석법에서 백그라운드 보정을 사용하는 경우를 제외하고 기기가 초기화된 다음 스위치가 꺼져야만 램프가 켜지므로 답은 '아니요'입니다.
- 램프의 수명은 얼마입니까? 변수가 너무 많아 구체적인 수치를 제공하기는 어렵지만 일반적으로 램프의 작동 수명은 1,000시간을 초과합니다.

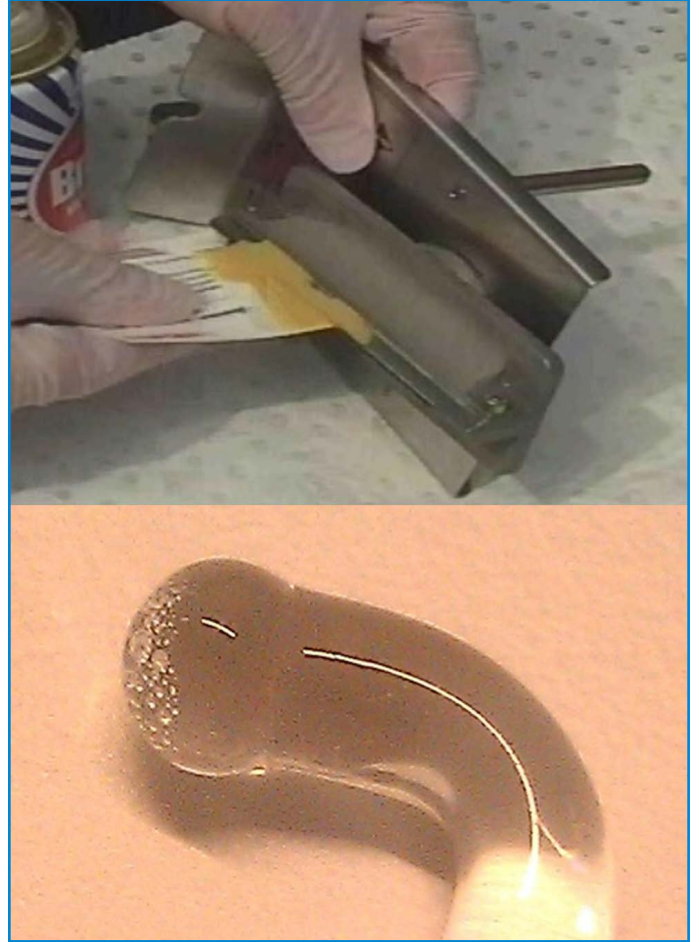
백그라운드 보정을 자주 사용하는 사용자는 대부분 일반적으로 매년 램프를 교체해야 합니다.

이제 AA 시스템의 성능을 극대화할 수 있는 몇 가지 다른 팁을 살펴보겠습니다.

Nebulizer 막힘 방지

Nebulizer 막힘을 방지하는 방법을 살펴볼 때 가장 중요하게 고려해야 하는 사항 중 하나는 행굼 용액을 사용하는 것입니다. 시료 분석 사이, 특히 분석이 종료된 후부터 불꽃을 끄기 전 몇 분 동안 시약 바탕 용액을 사용해 Nebulizer를 행굼니다. 그러면 Nebulizer에서 남은 시료 잔류물을 제거해 막힘이 발생하는 것을 방지할 수 있습니다. 시료 전처리도 중요합니다. 큰 입자는 시료에서 모두 제거해야 합니다. 이는 시료를 여과하거나 원심분리해야 한다는 것을 의미합니다. 후자의 경우 자동 시료 주입기를 사용하거나 수동 샘플링을 사용할 경우 시료 용기에 침전물이 생기는 수준을 넘어서 샘플링하는 것이 중요합니다. 시료 사이의 시료 캐필러리를 닦을 경우 보풀이 없는 천을 사용해야 합니다. 그러지 않으면 섬유가 쌓여 Nebulizer가 막힐 수 있습니다. Nebulizer가 막힐 경우 가장 좋은 해결책은 Nebulizer를 완전히 분해해서 구성품을 초음파 수조의 세척액에 담가 초음파 처리하는 것입니다. 그런 다음 Nebulizer를 행구고 다시 조립합니다. 클리닝 와이어로 막힘을 제거할 수도 있지만 이는 단기적인 해결책에 불과합니다. 그러나 항상 '막힘 방지'를 염두에 두고 시료 전처리와 시료 주입 시스템 행굼에 신경 쓰는 것이 좋습니다.

원자화 시스템을 튜닝하여 Nebulizer 막힘을 방지할 수도 있습니다. 그러므로 대부분의 응용 분석에서는 스프레이 챔버 안에 혼합 패들을 장착해야 합니다. 최적의 감도 및 정밀도 조합을 얻을 수 있도록 impact bead 위치를 최적화합니다. Narrow-bore 캐필러리 튜브를 사용합니다. 우수한 감도를 원한다면 혼합 패들을



제거하는 것이 좋습니다. Nebulizer에서 더 멀어지도록 impact bead를 조정할 수 있습니다. Wide Bore 튜브를 장착할 경우 주입 속도가 훨씬 더 높아지므로 감도가 향상됩니다. 노이즈 수준이 약간 상승하지만 시그널도 크게 상승합니다. 따라서 전체적인 신호 대 잡음 성능이 향상됩니다. 용존 고형물의 수준이 높은 보다 어려운 시료의 경우 먼저 혼합 패들이 제자리에 부착되어 있는지 확인해야 합니다. 그런 다음 최고의 감도를 얻을 수 있도록 비드를 조정하고, 최적의 감도 위치에서 Nebulizer에 더 가까워지도록 비드 조절 장치를 시계 방향으로 반 바퀴 이상 돌립니다. 이는 약간의 감도 저하를 감수해야 한다는 의미입니다. 이 경우 감도가 약 10% 저하될 수 있지만 Nebulizer에 더 가까워지므로 시료 주입 시스템이 막힐 가능성이 낮아집니다. 물론 이는 장기적인 성능 및 안정성이 향상될 수 있다는 의미이기도 합니다.

분석이 완료되면 일과 종료 후에 수행해야 하는 절차를 고려하는 것이 중요합니다. 이러한 절차도 기기의 성능에 큰 영향을 미치기 때문입니다. 권장되는 종료 절차는 다음과 같습니다.

- 불꽃을 차단하기 전에 몇 분 동안 헝굼 용액을 주입합니다(Nebulizer를 세척하고 남은 시료 잔류물 제거).
- 불꽃을 끄고 버너가 식을 때까지 기다립니다.
- 버너를 제거하고 스프레이 챔버 안으로 500mL 이상의 물을 붓습니다(액체 트랩에서 산 잔류물 세척).
- 폐기물 용기를 비웁니다.
- 기기에 연결된 공급 장치에서 가스를 차단합니다.
- 소프트웨어를 종료합니다.
- 기기의 스위치를 끕니다.

이 절차에 따라 시료 주입 시스템을 모두 씻어내고 모든 산 잔류물을 헝굼니다. 이는 기기에서 막힘 또는 변성이 발생할 가능성이 낮아짐을 의미합니다.

시료 주입 시스템 유지보수

다음은 원자화 시스템을 청소하는 데 도움이 될 수 있는 몇 가지 지침입니다. 버너는 많은 사용자가 다루기 힘들어 하는 구성품 중 하나일 것입니다. 버너를 청소할 때는 버너(특히 버너 슬롯의 안쪽)를 닦는 것이 좋습니다. 황동 청소제에 사용하는 금속 광택제를 사용합니다. 애질런트에서는 'Brasso'라는 광택제를 사용하지만 이 광택제를 사용할 수 없는 경우 황동 청소제에 권장되는 다른 금속 폴리싱 용액으로도 뛰어난 효과를 얻을 수 있습니다. 버너 세척 스트립에 금속 광택제를 묻혀 버너 슬롯 안으로 넣습니다(그림 5, 위). 그런 다음 카드를 사용해 버너 슬롯 내부의 양쪽을 닦습니다. 닦을수록 버너의 성능이 좋아집니다. 버너를 청소하고 잘 닦으면 성능과 막힘 저항성이 크게 향상됩니다.

스프레이 챔버 청소는 간단합니다. 분해해서 세척액에 씻으면 됩니다. 내부 구성품, 특히 유리 impact bead의 상태를 모니터링하는 것도 중요합니다. 그림 5(아래)는 많이 사용되는 비드의 상태를 보여줍니다. 이 비드에는 구멍이 크게 패여 있습니다. 비드 표면에 홈이나 구멍이 많이 보일 경우 시료의 흐름을 차단하는 데 별로 효과적이지 않습니다. 이런 모양이 나타난다면 즉시 비드를 교체해야 합니다. Impact bead는 기기의 성능을

제어할 수 있게 해 주므로 매우 중요합니다. 외부 비드 조절 장치를 사용해 비드의 위치를 제어할 수 있습니다. 비드 위치를 조절하여 필요한 감도를 얻을 수 있도록 기기를 튜닝할 수 있습니다. 비드를 Nebulizer에 더 먼 쪽으로 옮기면 시그널이 증가하는 것을 알 수 있습니다. 시그널이 어느 정도 최대치에 도달한 후 비드 위치를 더 멀리 이동하면 흡광도가 다시 내려갑니다. 비드 위치 지정은 우수한 성능을 얻는 데 매우 중요합니다.

정확한 표준물질

모든 시료 측정은 초기 검량을 참고하여 이루어지므로 분석의 정확도는 검량 표준물질의 정확도에 따라 달라집니다. 사용되는 검량 표준물질은 오염물이 없어야 하며, 입증할 수 있는 증거를 기반으로 가장 엄격하고 강력한 기법을 사용하여 인증을 받는 것이 무엇보다도 중요합니다. "인증 표준물질"(CRM)은 인증서가 제공되고, 정확한 표준물질 또는 단위를 추적할 수 있는 절차에 따라 하나 이상의 농도 값이 인증되었으며, 명시된 신뢰 수준에서 각각의 인증된 값에 불확도가 수반되는 기준 물질로 정의됩니다.

CRM을 이용해 검량 표준물질을 전처리하면 정확도를 개선하고, 추적성을 확립하고, 측정 불확도를 정량화할 수 있습니다. 고객이 CRM을 사용하려는 또 다른 이유는 규제 중심적이기 때문입니다. NATA(National Association of Testing Authorities, Australia) 및 UKAS (United Kingdom Accreditation Service)와 같은 국가 규제 기관들은 점점 더 ISO Guide 34 인증 실험실에 분석법 확인/검증을 위해 CRM을 사용하도록 요구하고

있습니다(해당하는 경우 및 적절한 경우).

애질런트 CRM은 ISO 9001, ISO Guide 34 인증 시설에서 제조되며, ISO/IEC 17025 테스트 실험실에서 인증됩니다. 애질런트 표준물질은 고순도 산 및 용매뿐 아니라 시중에서 가장 순도가 높은 성분 및 화합물을 사용합니다(일반적으로 99.999+%). Agilent ICP-MS를 사용해 원료를 검사하고 극미량의 불순물을 분석합니다. 금속은 사전에 산을 세척하고 고순도 물로 헹구며 염분은 향량이 될 때까지 건조시킵니다. 용액은 초청정 환경에서 무게를 정확히 계량하여 전처리합니다. 반응 용기로 인한 오염을 방지하기 위해 미리 세척한 고밀도 폴리에틸렌(HDPE) 또는 PTFE 용기에서 산분해를 수행합니다. NIST 절차에 따라 저울 및 부피 플라스크를 검량합니다. 석유 표준물질은 미리 세척한 HDPE 또는 유리 반응기에서 혼합합니다.

애질런트 분광기 CRM은 NIST에서 개발한 고성능 분광기 프로토콜에 따라 기존의 습식 화학 분석법(적정 또는 중량 측정)을 통해 인증되었습니다. 인증 받은 농도와 불확도 값은 모두 NIST SRM 3100 시리즈 분광 표준물질에서 추적 가능하므로 최고의 정확도와 추적성을 자랑합니다. 표준물질은 미리 세척한 HDPE 병에 넣고 비닐봉투에 담아 밀봉한 후 위조 방지 스티클 부착해서 출고합니다. 이 병은 산 침출 공정을 거쳤으므로 사용하기 전에 탈이온수로 세 번 헹굽니다. 표준물질은 유통기한이 최대 18개월로 길며, Guide 34 인증 요건의 일부로 실시되는 장기 안정성 연구의 지원을 받습니다.

모든 애질런트 표준물질은 포괄적인 분석 인증서(COA)가 함께 제공됩니다. 극미량 불순물은 Agilent ICP-MS로 분석해 ICP-OES/ICP-MS 표준물질용 COA로 보고됩니다.

애질런트는 이제 AA, MP-AES, ICP-OES 및 ICP-MS 응용 분야에 사용할 수 있도록 ISO 17025 및 ISO

Guide 34에 따라 제조된 완전한 분광기 CRM 라인을 제공합니다. 애질런트는 또한 윤활유 첨가제, 폐유 및 석유 관련 제품의 분석에 사용되는 작업 표준물질을 전처리할 수 있는 폭넓은 단일 원소 및 다원소 금속-유기 및 바이오디젤 표준물질, 베이스 오일 및 순수 용매를 제공합니다. 애질런트 금속-유기 및 바이오디젤 표준물질은 고유한 분석법을 사용하여 유기 매트릭스에서 이 단일 원소 및 다원소 CRM을 만들고 ISO Guide 34의 인증을 받는 데 필요한 순도와 안정성을 제공하는 금속-유기물을 합성합니다. 애질런트 CRM을 사용하면 실험실에서 품질, 순도 및 일관성을 확보할 수 있습니다.

다음은 검량 표준물질을 전처리할 때 고려해야 할 몇 가지 질문입니다. 우리가 이미 알고 있지만 항상 기억하기는 어렵거나, 항상 올바른 절차를 따르지 않을 수 있다는 일반적인 사실을 중점적으로 살펴 보겠습니다.

- 표준물질의 '유효기간'이 아직 지나지 않았습니까?
- 최적으로 검량된 피펫과 A급 유리 제품을 사용하고 있습니까?
- 피펫의 정확도를 정기적으로 확인하고 있습니까?
- 오염을 최소화하기 위해 탈이온수를 사용하고 있습니까?
- 중대한 희석 오류를 피하기 위해 연속 희석을 사용하고 있습니까?
- 시료를 어떻게 보관하고 있습니까? 최적의 안정성을 유지할 수 있도록 표준물질을 산성화해야 합니다. 플라스틱 용기(PFA 또는 FEP)를 사용하면 안정성이 높아집니다.
- 표준물질을 자주 보충하고 있습니까? 특히 극미량을 사용할 경우 기기를 실행할 때마다 새 표준물질을 전처리하는 것이 매우 중요합니다. 이 작업은 시료 워크로드에 따라 매일 또는 일주일에 한 번 수행해야 할 수 있습니다.

그림 6



소연료
Acetylene 유속 감소



화학량론



다연료
Acetylene 유속 감소

작동 소모품 키트 구성품
1 Nebulizer venturi, PEEK
1 Nebulizer capillary kit
1 Nebulizer block, fluorinated
1 pk of 5 Glass impact beads
1 pk of High solids capillary tubing, 3m
1 Mark 7 O-ring kit, for aqueous samples
1 pk of 5 Mixing paddles, fluorinated
1 pk of 100 Burner cleaning and alignment cards



오염 감소

시료를 보관하거나, 분해하거나, 심지어 분석하는 동안에도 시료가 닿는 모든 곳이 오염원이 될 수 있으므로 오염 가능성에 대해 생각해야 합니다. 시약 순도에 대해 생각하십시오. 가능하다면 항상 최고의 시약을 찾고 해당 시약의 COA를 확인하십시오. 이는 배치에 따라 다를 수 있습니다. 해당 시료의 잠재적인 오염물질 농도는 얼마입니까? COA를 확인하면 잠재적으로 응용 분석에 문제를 유발할 수 있는 농도가 더 높은 성분이 있는지 알 수 있습니다. 시약을 사용한 후에 즉시 재밀봉하십시오.

또 다른 공통적인 오염 원인은 시약 용수입니다. 탈이온수를 사용하지 않거나 용수 시스템을 올바르게 유지보수하지 않을 경우 시약 용수가 잠재적인 문제가 될 수 있습니다. 색으로 구분된 피펫 팁을 사용할 경우 특히 구리, 철, 아연 및 카드뮴과 같은 원소에서 잠재적인 오염을 유발할 수 있습니다. 일반 팁을 사용하는 것이 더 좋습니다.

정확도 개선

정확도를 개선하기 위해서는 시료 분해 절차에도 집중해야 합니다. 가장 적합한 분해를 사용하고 있는지 확인하십시오. 또한 사용 중인 분석법이 해당 응용 분야에 적합한지 확인하십시오. 이는 블록 분해 시스템 또는 마이크로웨이브 분해 시스템을 사용하고 있는 경우에도 마찬가지로 중요합니다.

분해 도중 분석물질 손실이 있는지 확인했습니까? 전처리 도중 발생한 오염이 있는지 확인했습니까? 이렇게 하려면 CRM에 전처리 및 분석 프로세스를 적용하십시오. 시스템이 올바르게 작동하고 있는지 확인하는 것도 매우 중요합니다.

시약 바탕을 사용할 때 오염이 발생하는지 또한 전처리하는 모든 시료 바탕에 오염물질이 포함되어 있는지도 확인하십시오. 이는 시약 용수에 전처리 프로세스를 적용해야 함을 의미합니다. 시약 용수를 하나의 시료로 측정하고 더 높은 농도가 관찰될 경우 오염을 강조 표시할 수 있습니다. 모든 분석에 시약 바탕을 사용하는 것이 좋습니다. 분석할 때마다 분해 프로세스를 확인할 필요는 없지만 정기적으로 확인하는 것이 좋으며, 특히 새로운 분석법을 설정할 경우에는 더욱 그렇습니다.

분석 감도

기기의 성능을 개선하기 위해 우리가 마지막으로 확인해야 할 사항 중 하나는 제공되는 분석 감도입니다. 많은 사용자가 어려움을 겪는 작업 중 하나는 버너 정렬입니다. 버너 위치를 수직으로, 수평으로 또는 회전 방향으로 최적화해야 합니다. 최적화하는 가장 좋은 방법은 버너 정렬 및 세척 스트립을 사용하는 것입니다. 이러한 스트립을 버너 위에 놓은 다음 표적 영역을 이용해 버너가 HC 램프에서 나오는 빛과 올바르게 정렬되는지 확인할 수 있습니다. 이런 식으로 매우 빠르게

육안 검사를 수행하여 광선이 버너 슬롯에 평행하게 입사되는지 확인할 수 있습니다. Nebulizer 주입 속도를 확인하는 것도 좋습니다. 주입 속도가 5mL/분에 근접한 범위에 있는 것이 좋습니다. 필요한 경우 Nebulizer를 조절하거나 부분 막힘이 있어 시료 주입 속도가 느린 경우 Nebulizer를 청소하십시오. 그러한 예비 조절을 완료했으면 최고의 감도를 얻을 수 있도록 표준물질을 주입한 다음 시스템을 조금 더 최적화해야 합니다. 먼저, 조절 장치를 사용해 최적의 감도와 최고의 정밀도를 얻고 있는지 확인할 수 있도록 impact bead 위치 등을 중점적으로 살펴보겠습니다.

그런 다음 불꽃 화학을 중점적으로 살펴보겠습니다. 불꽃 화학량론은 nitrous oxide/acetylene 불꽃을 사용하는 원소에 특히 중요하지만 공기 acetylene 불꽃을 사용하는 원소에는 더욱 그렇습니다. 가스 유량을 조절하여 감도를 변경하고 성능을 최적화할 수 있습니다.

Acetylene 유속 조절은 nitrous-oxide/acetylene 불꽃을 사용하는 경우에 훨씬 더 중요해집니다. 그림 6에는 nitrous-oxide acetylene 버너의 최적화 조건에 대한 예가 나와 있습니다. 일반적으로 이 유형의 버너를 사용할 경우에는 내화성이 더 높은 원소를 측정해야 하기 때문입니다. 또한 이러한 원소는 불꽃에 첨가하고 이온화 효과와 시그널 품질을 높이기 위한 추가 acetylene이 필요합니다. 일반적으로 nitrous-oxide 불꽃을 사용할 경우 추가 acetylene을 불꽃에 첨가해야 합니다. 종종 Cookbook의 분석 조건의 해당 자료에서 참고자료 또는 불꽃의 원뿔 높이를 확인할 수 있습니다. 이는 그림 6에서 확인할 수 있는 색이 있는 영역의 높이를 나타냅니다. 다채로운 불꽃을 얻으려면 acetylene 유속을 분당 최대 8리터로 높여야 합니다.

불꽃 AA	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-MS/MS
				
<p>애질런트의 55 및 200 시리즈에는 빠른 순차 분석 불꽃 AA 및 고성능 퍼니스가 있습니다.</p>	<p>애질런트의 4210 MP-AES는 공기로 가동되어 <u>소요 비용을 최소화하는 동시에 안전성을 높입니다</u></p>	<p>애질런트의 5110 ICP-OES에는 <u>세계 최고의 생산성을 갖춘 동시 Vertical Dual View ICP-OES가 있습니다.</u></p>	<p>애질런트의 7800&7900 ICP-MS는 <u>견고하고 민감하고 정확하며 사용하기 쉬운 사중극자 ICP-MS입니다.</u></p>	<p>애질런트의 8900 ICP-QQQ는 <u>반응 모드에서 간섭 제거를 고유하게 제어할 수 있는 MS/MS 모드를 지원합니다.</u></p>
<p>← 원자 분광기의 혁신을 선도 →</p>				

권장 유지보수 일정

여기에서는 유지보수에 도움이 되는 몇 가지 지침을 소개합니다. 불꽃 AA에 권장되는 유지보수 일정은 다음과 같습니다. 이러한 일정은 권장되는 조건일 뿐이며 유지보수 시기는 응용 분야와 워크로드에 따라 달라질 수 있습니다. 해당 용도에 따라 필요에 맞게 이러한 일정을 조정하십시오.

가장 중요한 것은 기기를 실행할 때마다 수행해야 하는 확인입니다. 분석을 시작할 때 실린더에 가스가 충분한지 확인하십시오. 특히 acetylene의 경우 acetone이 기기의 가스 상자로 넘어가지 않도록 해야 하므로 가스를 확인하는 것이 중요합니다. 배출이 올바르게 이루어지고 있는지 확인하십시오. Nebulizer 주입 속도를 확인하고 버너를 점검해 버너가 깨끗하고 분석을 수행하는 데 문제가 없는지 확인하십시오. 그런 다음 분석을 시작할 준비를 해야 합니다.

분석이 끝나면 권장되는 종료 절차에 따라 시료 주입 시스템을 세척한 다음 쓰레기통을 비우십시오. 원자 흡수 시스템의 표면에 쌓여 있을 수 있는 산 잔류물을 제거하기 위해 시스템의 표면, 특히 시료부를 닦는 것도 좋습니다.

매주 또는 필요할 때마다 버너와 불꽃 이온화 시스템을 청소하십시오. 청소하는 동안 구성품(특히 impact bead)과 모든 O-ring의 상태를 점검하여 상태가 양호한지 확인하십시오. O-ring이 금이 가거나, 손상되거나, 눈에 띄게 늘어난 경우 즉시 교체하십시오. 그렇지 않으면 제 역할을 하지 못해 제대로 밀봉되지 않습니다. 기기의 광학 창을 정기적으로 확인하고 필요에 따라 청소하십시오.

이러한 절차를 따를 경우 기기에서 우수하고 일관된 성능을 얻을 수 있습니다.

AA용 주요 소모품

다음은 기기 사용을 지원하기 위해 사용할 수 있는 일반적인 유형의 소모품에 대한 광범위한 지침입니다. 모든 기기에는 검량에 사용되는 표준물질(CRM)뿐 아니라 HC 램프도 필요합니다. 불꽃 AA의 경우 일반적으로 시료 주입 시스템에 impact bead, 버너 세척 스트립, Nebulizer 구성품, 캐필러리 튜브 등의 부품을 사용할 수 있습니다. Nebulizer가 막히거나 손상된 경우 Nebulizer를 분해한 다음 구성품을 교체하여 분석을 계속할 수 있습니다.

이 프레젠테이션에서는 다른 AA 기법을 중점적으로 살펴보지 않았지만 사용해야 할 수 있는 몇 가지 주요 소모품도 있습니다. 흑연로 AA 시스템의 경우 graphite 튜브, 시료 바이알, 분주 캐필러리, 자동 시료 주입기용 시린지, 매트릭스 Modifier가 필요합니다. 기화 AA 시스템의 경우 석영 원자화 셀, 연동 펌프 튜브 및 연결 튜브가 필요합니다.

애질런트는 기본적으로 사용자에게 필요한 모든 소모품을 하나의 부품 번호로 묶는 작동 소모품 키트라는 다양한 소모품 키트를 제공합니다. 애질런트는 불꽃 AA (그림 7), 흑연로 AA 및 기타 기법 또는 사용할 수 있는 기타 액세서리를 위한 소모품 키트를 보유하고 있습니다. 이러한 키트에는 각각 일상적인 작업에 사용할 경우 일반적으로 1년 동안 기기 작동을 지원하는 데 필요한 모든 구성품이 포함되어 있습니다.

그러한 키트 중 하나를 갖고 있으면 필요할 때 필요한 예비 부품을 사용할 수 있어 매우 편리합니다. 이러한 작동 소모품 키트를 매년 주문하여 일년 내내 최적의 기기 성능을 보장할 수 있습니다.

그림 8에는 애질런트의 원자 분광기 포트폴리오의 개요가 나와 있습니다. 애질런트는 불꽃 AA 시스템에서부터 반응 모드에서 간섭 제거를 고유하게 제어할 수 있는 MS/MS 기능을 제거하는 하이엔드 ICP-QQQ ICP-MS에 이르기까지 광범위한 기기를 제공합니다. 사용 중인 기법과 수행할 분석의 유형에 관계없이 애질런트는 특정 응용 분석에 필요한 제품을 제공할 수 있습니다.

요약

지금까지 최고의 성능을 달성하고 기기에서 품질 데이터를 얻는 데 도움이 되는 몇 가지 팁과 지침을 설명했습니다. 사용자가 직면하는 대부분의 문제는 시료 주입 시스템의 상태와 설정에 따라 달라집니다. 시료 주입 시스템의 설정, 상태 및 유지보수에 집중하고 버너, 스프레이 챔버 및 Nebulizer 등의 영역에서 올바른 유지보수를 수행하여 최고의 성능을 달성할 수 있습니다.

시료 주입 시스템의 침적물은 시료가 불꽃에 주입되는 속도에 영향을 미치고 시그널 드리프트를 유발해 잠재적으로 오염을 일으킬 수 있습니다. 이러한 영역을 올바르게 유지보수하면 결과를 개선하고 데이터 품질을 높이고 잠재적인 문제를 극복할 수 있습니다. 일상적인 유지보수 절차를 확립하면 분석자가 간단하게 문제를 확인하고 해결할 수 있습니다.

이러한 팁과 지침은 기기를 유지보수하고 기기에서 최고의 성능과 생산성을 얻는 데 도움이 됩니다.

리소스

마지막으로, 사용자에게 도움이 될 수 있는 추가 리소스를 개략적으로 설명하겠습니다. 애질런트는 최근에 모든 원자 흡수 기기 사용자에게 중요한 페이지인 'AA 리소스 허브'를 도입했습니다(<https://www.agilent.com/en/promotions/aa-resources>). 'AA 리소스 허브'의 중요한 특징 중 하나는 불꽃, 원자 흡수, 흑연로 원자 흡수 및 HC 램프를 다루는 유지보수 및 문제해결 동영상입니다.

다음은 원자 흡수 사용자를 지원하는 데 사용할 수 있는 추가 리소스 목록입니다.

램프 FAQ: <https://www.agilent.com/search/?No=0&Npp=20&Ntt=lamp+FAQs&redirect=0>

원자 흡수 부품 및 소모품: https://www.chem.agilent.com/store/en_US/Cat-SubCat1ECS_30279/Atomic-Absorption

응용 자료: <https://www.agilent.com/en-us/library/applications?N=129+900006641>

분광기 소모품 카탈로그: http://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-5455EN_Spectroscopy_Catalog_LR.pdf

표준물질/CRM: http://www.chem.agilent.com/Library/catalogs/Public/5991-5678EN_Chemical_Stnds_Catalog_LR.pdf

PerkinElmer 기기용 소모품: https://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-6788EN_CL_Spect_AA_MiniCatalog_Offset_LR.pdf

원자 분광기 웨비나: <http://www.agilent.com/en-us/training-events/eseminars>

AA 빠른 참조 안내서: https://www.agilent.com/cs/library/selectionguide/public/5990-9476EN_AA_Supplies_QRG.pdf

작성자 소개



Eric Vanclay는 오스트레일리아의 멜버른 소재 Agilent Technologies의 분광기 소모품 제품 마케팅 관리자입니다. 그는 오스트레일리아 멜버른의 Monash University에서 화학을 전공했으며 1985년에 이학사 학위를 받았습니다. Eric은 1988년에 Varian에 합류하여 원자 흡수 제품 전문가, 원자 흡수 제품 관리자, 수출 마케팅 관리자, 유럽 현장 영업/응용 분야 전문가 (원자 분광기), ICP-OES 제품 관리자 및 MP-AES 제품 관리자를 비롯한 다양한 역할을 담당했습니다. Agilent Technologies가 Varian을 인수한 후 Eric은 분광기 소모품 제품 마케팅 관리자 역할을 맡아 분광기 소모품의 현장 영업 지원, 고객 지원, 제품 개발 및 마케팅을 책임졌습니다. 그는 모든 원자 분광기 기법에서 30년 이상의 경력을 보유하고 있습니다.