

ICP-OES 기기 성능 및 가동 시간 최대화

최고의 성능을 제공하도록 ICP-OES 기기를 최적화하고 분석법 및 응용을 견고하고 신뢰할 수 있는 상태로 유지할 수 있는 팁, 요령 및 유용한 조언



저자

Eric Vanclay,
Spectroscopy Supplies
Product Marketing Manager,
Agilent Technologies, Australia

서론

애질런트 테크놀로지스는 실험실 및 기기의 문제점을 파악하고 이를 해결할 수 있는 전략 개발을 가장 시급한 우려사항으로 전 세계 실험실 관리자를 대상으로 하는 독립적인 설문조사를 실시했습니다. 조사의 또 다른 목표는 실험실 관리자들이 기기 운용 방면의 주요 차이점을 발견하는 것이었습니다. Frost & Sullivan이 진행한 이 조사는 4개 국가의 700명 인원을 대상으로 하였습니다. 조사를 실시한 4개 국가는 독일, 영국, 미국 및 중국이었으며, 조사 대상의 경험, 회사 규모, 직무 및 주요 직책은 서로 달랐습니다. 다음 사이트를 방문하여 본 연구의 주요 발견을 살펴보십시오.

www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2017/07jun-ca17019.html

조사를 통해 볼 수 있듯이, 대부분의 사용자들은 유지보수 및 가동 중단 시간을 단축하고 전체 실험실 워크플로를 향상시키려고 합니다. 이에 따라 본 문장에서는 ICP-OES 성능을 최대화하고, 실험실에서 자주 발생하는 일반적인 문제를 해결하는 팁에 대해 설명합니다.

Nebulizer 막힘 방지

Nebulizer 막힘 현상을 어떻게 줄이거나 방지해야 합니까? 시료 분무화를 처리할 때의 유속은 보통 상대적으로 느립니다. 시료를 스프레이 챔버로 운반하는 미세한 캐필러리의 용해되지 않은 고체 및 큰 입자에 대한 내성은 제한되어 있습니다. 따라서 까다로운 시료를 분석할 때, annulus와 nebulizer 캐필러리가 모두 막힘 현상이 일어나고 감도 문제를 초래 할 위험성이 높습니다. 이를 어떻게 해결해야 합니까? 첫째, 가장 중요한 것은 플라즈마 끄기 전에 시료 주입 시스템을 적합한 바탕 시약으로 행구어야 합니다. 이것은 nebulizer 자체에 물질이 축적되는 현상을 방지해줄 수 있습니다. 둘째, 시료 전처리 전략을 고려해야 합니다. 입자를 제거하기 위해 시료를 여과하거나 원심분리하면 nebulizer 막힘 현상을 방지할 수 있습니다. 까다로운 시료 분석 시, 자동 시료 주입기 인클로저를 사용하면 먼지 또는 오염물이 저장 및 분석 대기 상태의 시료에 유입되는 것을 방지할 수도 있습니다. 또한 자동 시료 주입기 프로브를 조절하여 모든 용존 고형물 또는 침전물 위에 샘플링 하도록 함으로써, nebulizer 막힘 가능성을 줄일 수 있습니다. 명심해야 할 키워드는 '예방'입니다.

또 다른 nebulizer 막힘 현상을 줄이는 접근법은, 특히 까다로운 시료 처리에 적합한 방법은 아르곤 가습기 액세서리(그림 1 오른쪽)를 사용하는 것입니다. 병 내부의 미세 튜브는 사실상 투과성 막입니다. 탈이온수로 병을 채우면 투과성 막은 물을 통과시킴으로써 nebulizer 가스를 가습시킵니다. Nebulizer를 통과하는 촉촉한 nebulizer 가스는 염 축적으로 인한 막힘 현상 발생 가능성을 낮추고, 따라서 드리프트 양을 감소시킬 수 있습니다. 그림 1(왼쪽)은 까다로운 시료의 사례를 보여줍니다. 25% 염화나트륨을 4시간 동안 연속 흡인 - 아르곤 가습기 액세서리를 포함한 다량의 용존 고형물에 적합한 시료 주입 시스템을 사용합니다. 전체 테스트 기간에 걸쳐 2.5%이하의 정밀도 및 장기 안정성을 성취하였습니다.

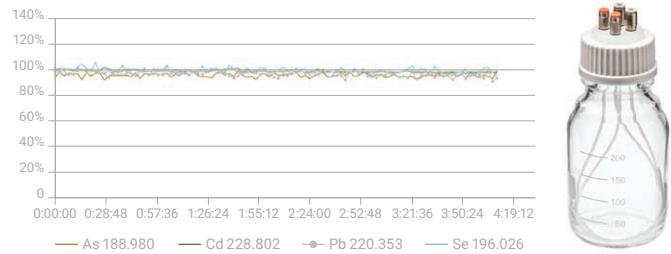
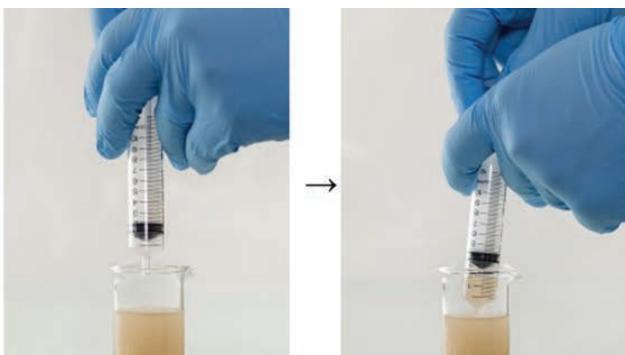


그림 1.

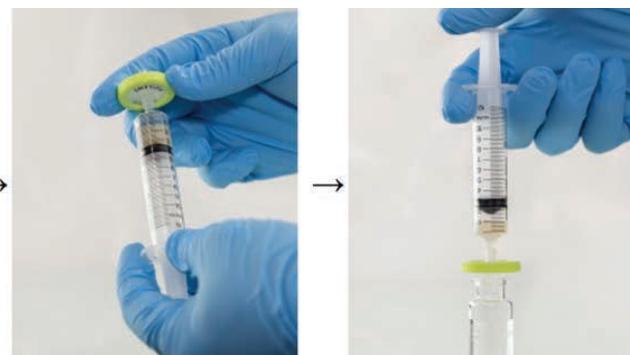
Nebulizer 막힘 현상을 줄이거나 방지하는 세 번째 접근법은 분석 전 시료를 여과하는 것입니다. 물론 대부분의 사용자는 이 접근법을 사용해야 하지만, 많은 고객들은 생산력에 영향을 주지 않기 위해 이 과정을 생략하려고 합니다. 하지만 애질런트는 이 접근법을 수행하는 것을 강력하게 권장합니다. 예를 들어, 그림 2는 Agilent Captiva 시린지 필터가 4단계의 작업만으로 여과의 모든 이점을 제공할 수 있음을 보여줍니다.

시료 여과 이외, 우리는 또한 결과의 정확성을 향상시킬 뿐만 아니라 nebulizer 막힘 현상을 감소시킬 수 있는 몇 가지 시료 전처리 방면과 관련된 사항을 주의해야 합니다. 가장 적합한 분해 절차를 수행하고 있는지를 확인해야 합니다. 분석물질은 정량적으로 추출 및 용해되고 있습니까? 많은 경우에, 우리가 수행하는 분해 작업은 부분적 추출 뿐이며, 또한 분해 과정에서 일부 휘발성 분석물질이 손실될 가능성도 있습니다. 때문에 당사는 시료 전처리부터 분석 절차에 이르기까지, 인증 표준물질, 특히 고체 인증 표준물질의 사용을 권장합니다. 이를 통해 분해 단계에서 분석물질이 손실되었는지를 확인할 수 있습니다. 또한 분해가 안정적으로 유지되는지, 분해 과정 후 일부 침전물 또는 부유물이 있는지, 또는 오염이 있는지 등을 점검해야 합니다. 이를 점검하기 위해 바탕 시약을 사용해야 합니다. 이상적인 경우에는,



시료를 채우기 전, 시린지에 약 1mL의 공기를 넣으십시오. 이는 유체 머무름을 최소화할 수 있습니다.

시료를 시린지에 넣고, 약 1mL의 공기를 주입합니다. 시린지를 거꾸로 하고 끝단의 잔류 물질을 제거합니다.



Luer 연결 장치를 이용해 시린지를 시린지 필터와 연결합니다. 살살 조여 밀봉성을 확보합니다.

시린지 내용물을 여과 후 바이알로 주입합니다. 그런 뒤, 시린지 필터를 제거하고, 시린지에 공기를 주입하고, 시린지 필터를 재부착하며, 플런저를 눌러 잔류 시료를 여과합니다. 이렇게 하면 시료 회수율을 극대화할 수 있습니다.

그림 2.

매 시료 배치에 대해 이 절차를 실시하여, 즉 시료 전처리 절차에 순수 시료를 추출합니다. 순수 시료의 예상 결과는 0에 매우 근접해야 합니다. 특정 시료 내 임의의 분석물질이 이보다 높은 값이 관찰된다면, 잠재적 오염이 일어났을 수 있으며 특정 오염의 발생 장소를 파악하기 위한 자세한 조사가 필요합니다.

지금까지 우리는 nebulizer 막힘 현상의 방지 전략에 대해 설명하였으나, 막힘 현상은 여전히 발생할 수 있습니다. 따라서 다음의 해결해야 할 문제는 막힘 현상을 어떻게 제거해야 하는 것입니다. Nebulizer는 쉽게 파손되므로 초음파 용기에서 초음파 세척을 하거나 클리닝 와이어로 세척해서는 안됩니다(전통적인 glass concentric nebulizer 또는 OneNeb nebulizer의 경우). Nebulizer 막힘 현상을 제거하려면, nebulizer 세척 도구를 이용해 nebulizer를 백플러시해야 합니다. 이 접근법은 매우 효율적이며, 일부 세척 용액, 특히 메탄올을 강제적으로 nebulizer의 끝단까지 통과시킬 수 있도록 합니다. 세척 도구가 없는 경우에도 nebulizer의 뒷면에서 흡입을 수행하면 같은 효과를 얻을 수 있습니다. 예를 들어, 연동 펌프 투브를 사용하거나 nebulizer 뒷면에 진공 연결을 적용하면 됩니다. 고착화된 침전물이 nebulizer에 쌓여 있을 때, nebulizer를 하룻밤 동안 농축 질산에 담가 놓습니다.

시료 주입 시스템 세척

ICP-OES 시료 주입 시스템의 중요한 구성 요소를 어떻게 세척하고 유지보수 해야 합니까? 가장 먼저 고려해야 할 구성 요소는 스프레이 챔버입니다. 유리 재질의 사이클론 스프레이 챔버는 오늘날의 ICP-OES 시스템에서 사용하는 스프레이 챔버 중 가장 일반적인 종류이며, 대부분의 경우, 이는 효율적으로 작동하지만 시간이 지남에 따라 스프레이 챔버 벽에 물방울이 축적될 수 있습니다(그림 3). 이러한 경우에 물방울이 정밀도에 영향을 미칠 수 있으므로 스프레이 챔버를 즉시 세척해야 합니다. 최적의 스프레이 챔버 세척 접근법은 하룻밤 동안으로(24시간 권장) 25%의 세척액(Triton X-100, Decon, Fluka RBS 25가 모두 효과적으로 세척 가능)에 담가 놓는 것입니다. 세척 후 스프레이 챔버를 헹구어 다음 분석을 위해 기기에 다시 장착해야 합니다.

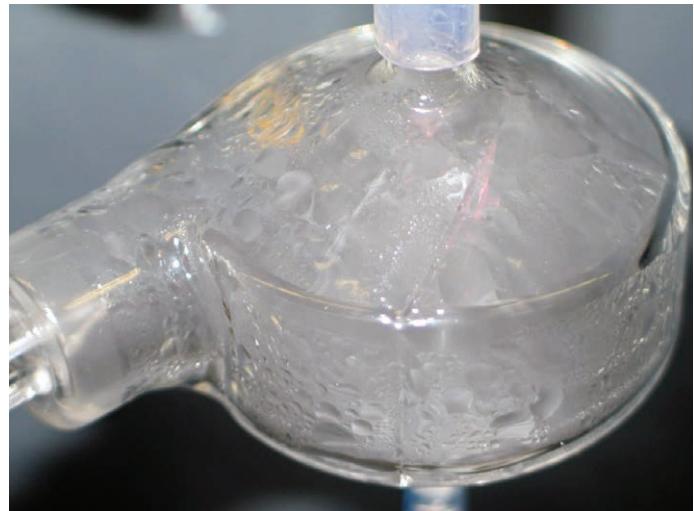


그림 3.

그 다음으로 고려해야 할 구성 요소는 ICP-OES 기기의 토치입니다. Agilent 5100 시리즈 ICP-OES 기기의 토치를 세척하려면 외부 투브를 왕수(염산과 질산의 혼합물)에 1시간 동안 담가 놓아야 합니다. 애질런트는 이러한 목적을 위해 매우 편리한 세척 스탠드를 제공합니다. 세척 후, 탈이온수로 토치의 내부와 외부를 헹구고, 3개 가스 공급 포트를 통해 압축 가스(공기, 질소 또는 아르곤)를 펌프로 통과시켜 남은 액체를 제거해야 합니다.

Agilent 700 시리즈 ICP-OES 기기와 같은 오래된 시스템에 대해, 절차는 사실상 비슷하지만, 토치의 축적물을 전부 제거하기 위해 하룻밤 동안 담가 놓아야 합니다. 마찬가지로, 세척 후 깨끗하게 헹구고 남아있는 액체를 전부 제거하며, 제일 중요한 것은 기기에 다시 장착하기 전에 완전히 건조시켜야 합니다.

700 시리즈 ICP-OES 기기에서, 토치는 수동으로 위치 조절되어야 하기 때문에, 토치 홀더에 토치를 설치한 후 설정을 확인해야 합니다. RF 코일과 중간 투브 사이의 거리가 2~3mm이여야 합니다. 이는 효율적인 플라즈마 형성 및 효율적인 시료 들뜸을 위한 올바른 위치를 확보할 수 있습니다. 토치 정렬 루틴도 토치가 올바른 위치에 있는지를 검증할 수 있는 방법을 제공합니다. 이 루틴은 토치의 수직 및 수평 위치를 설정하고 기기가 토치의 가장 높은 강도의 구역에 작동하도록 보장합니다(그림 4). 매일의 최고 강도는 일관성이 있으므로, 이는 또한 기기의 빠른 성능 확인의 유용한 방법이기도 합니다. 시료 강도 수치에 변화가 생기면, 기기의 어떤 부분에 막힘 현상이 발생할 가능성이 있다는 것을 나타납니다. 이와 유사하게, 토치의 이상적인 수평 및 수직 위치도 일관되게 유지되어야 하며, 이 위치가 갑자기 변화되면 토치에 문제가 생겼다는 것을 표시할 수 있습니다.

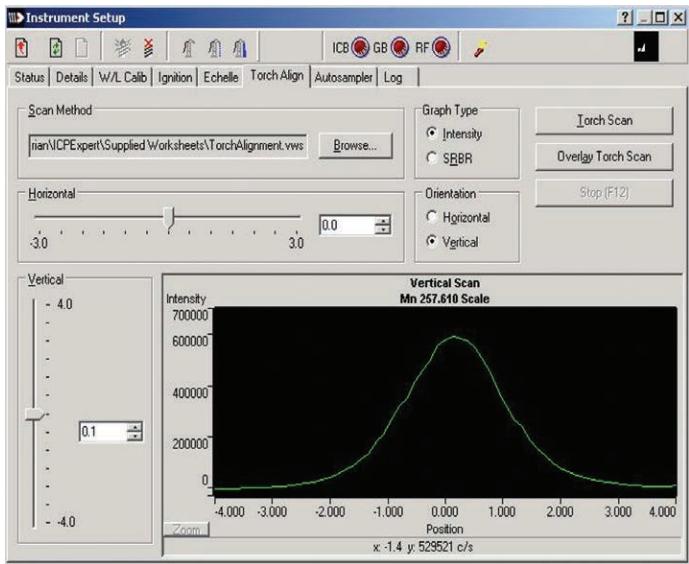
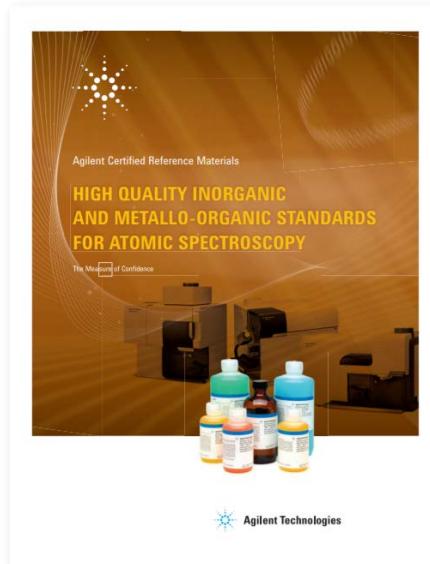


그림 4.

정확한 표준물질 제조

이제 기기의 최고 성능을 발휘하기 위한 또 다른 접근법인 검량 표준물질 제조에 대해 생각해 보십시오. 정확한 정량을 위해서는 특정 시료 내의 미지 성분을 측정할 수 있도록, 알려진 성분의 표준물질로 기기를 검량해야 합니다. 분석의 정확도는 완전히 특정 표준물질의 제조 결과에 달려 있습니다. 제조 과정에서 발생하는 모든 오류나 오염은 부정확한 결과 및 기타 문제를 초래할 수 있습니다. 이러한 문제를 해결하기 위해, 기기 가동 중단 시간이 발생할 수도 있습니다. 새로운 표준물질을 제조하고 시료를 재측정하는 데 시간을 낭비할 것이며, 따라서 기기는 더 오래된 작동 시간으로 인해 기기 소모품을 더 빨리 교체하게 됩니다. 인증 실험실의 경우, 최악의 상황은 감사 실패 및 ISO 실험실 인증을 잃게 되는 것입니다. 이는 매우 위험할 수 있습니다.

이것이 바로 애질런트가 검량 표준물질 제조 시, 인증 표준물질을 사용하는 것을 권장할 원인입니다. 애질런트는 ISO 9001 Guide ISO 34에 따라 제조되고 ISO 17025 테스트 실험실에서 인증된 인증 표준물질을 제공합니다(그림 5). 또한 모든 원료 및 용매는 전처리하기 전에 불순물 테스트를 거쳐야 합니다. 표준물질은 추적 가능합니다. 표준물질은 미국 National Institute of Standards and Technology(NIST)의 고성능 테스트 프로토콜을 사용해 인증되었으며, 모든 애질런트 표준물질 또는 인증 표준물질은 표준 레퍼런스 물질 NIST 3100 Series에서 직접 추적 가능합니다. 배송 과정 중에 오염될 가능성을 제거하기 위해, 표준물질을 미리 세척한



[클릭해서 브로셔 보기](#)

그림 5.

고순도, 고밀도 폴리에틸렌 병에 포장 및 밀봉되었으므로 오염이 없습니다. 대부분의 경우 18~24개월의 유통기한을 가지며, 단기 및 장기 안정성 연구에 의해 지원되고 확인을 거쳤습니다. Agilent ICP-MS를 이용하여 수행하는 불순물 테스트는 최대 68종 극미량 불순물까지의 실제 불순물 라벨을 보고할 수 있습니다.

단일 및 다원소 표준물질은 원자 흡수, ICP-OES 및 ICP-MS 사용에 모두 적합한 다양한 농도로 준비되어 있습니다. 예를 들어, 석유 또는 바이오디젤 시료를 측정하는 실험실에서도 폭넓은 금속 유기 표준물질을 이용할 수 있습니다. 애질런트와 PerkinElmer 기기의 튜닝 및 검량 표준물질도 제공합니다.

표준물질 제조 및 정확도를 향상시키기 위해 취할 수 있는 몇 가지 간단한 단계가 있습니다. 첫째, 표준물질의 유효기간이 만료되지 않았음을 확인하고 검량된 피펫과 A급 용량 플라스크를 사용하십시오. 주기적으로 피펫의 정확도와 재현성을 검증하고, 최상의 정확도를 성취하기 위해 1회의 대량 희석보다 일련의 소량 희석을 수행하도록 해야 합니다. 그 다음으로는 표준물질의 농도를 고려해야 합니다. 저농도 표준물질의 유효기간이 제한되어 있으므로, ppb 및 sub-ppb 농도에서 작업할 경우, 매번 분석 시 고농도 원액에서 새로운 표준물질을 제조하는 것을 권장합니다. 표준물질을 어떻게 보관해야 합니까? 플라스틱 용기, 특히 PFA 또는 FEP 용기는 보다 우수한 안정성을 제공할 수 있으나, 이는 제조 과정에서 추가 산을 첨가하여 표준물질을 안정화시킬 경우에만 해당합니다.

정확한 표준물질 제조 이외, 잠재적 오염을 줄이기 위한 접근법도 고려해야 합니다. 저장, 분해, 희석 또는 분석 과정에서 모든 시료와 접촉하는 물질은 오염을 야기할 수 있습니다. 핵심 접근법은 무엇입니까? 첫째, 시약의 순도를 점검합니다. 이는 분석 인증서의 가장 큰 작용입니다. 애질런트 인증 표준물질의 분석 인증서는 모든 잠재적인 불순물 및 보고된 특정 불순물의 실제 농도를 강조합니다. 이를 통해 특정 시약 또는 표준물질이 분석에 문제를 일으킬 수 있는지를 즉시 확인할 수 있습니다. 오염의 기타 잠재적 원인은 무엇입니까? 바로 실험실에서 사용한 물 시약입니다. 오염 가능성, 특히 봉규산 유리로부터의 오염을 줄이기 위해, 플라스틱 용기, FEP 또는 PFA 용기를 사용하는 것을 권장합니다. 실험실의 많은 분석자들은 유색 피펫 팁을 사용하지만, 특히 아연, 카드뮴, 철, 구리 등과 같은 피펫 팁은 대량의 오염물을 유입시킬 수 있습니다. 때문에 오염 가능성을 줄이려면 무색 팁을 사용하는 것이 가장 좋습니다.

펌프 투빙에 주의

또 다른 주의해야 할 부분은 연동 펌프 투빙입니다. 이는 기기의 최고 성능을 성취하는 데에 있어서 매우 중요합니다. 이상적인 상황에서, 시료 주입 시스템으로부터 효율적으로 액체 폐기물을 제거하기 위해, 폐기물 투빙은 시료 투빙보다 더 큰 내경을 가져야 합니다(그림 6). 투빙은 또한 사용 중인 용매에 대해 내성을 가져야 합니다. PVC 투빙은 대부분의 산성 분해물 유형에 적합하지만, 유기 용매 사용 시, 화학적 호환성에 대해 더 많은 주의를 돌려야 하며, 용매 내성을 확보하기 위해서는 Viton 또는 Marprene 펌프 투빙을 사용해야 할 수도 있습니다. 잠재적 오염물을 제거하기 위해, 새 투빙을 세척하는 것은 좋은 습관이며, 주기적으로 투빙을 교체해야 합니다. 오래된 펌프 투빙은 많은 문제, 특히 정밀도, 안정성 및 드리프트 등 문제를 야기할 수 있습니다. 일반적으로 일주일에 5일간 기기를 작동해야 한다면 최소한 일주일에 한번 투빙을 교체해야 합니다. 가장 중요한 것은 분석이 끝난 후, 펌프 훌더에서 펌프 투빙을 꺼내, 압력 바를 풀어주고, 이를 펌프 주변에서 제거하는 것입니다. 이렇게 하면 투빙은 풀릴 수 있고 다소 회복될 수 있습니다. 기기에 다시 장착하기 전, 손가락 사이에 투빙을 굴러보고 투빙 상 놀린 자리가 없는지 확인하십시오. 눈에 띄게 마모되거나 늘어난 경우(그림 7), 즉시 교체해야 합니다.

파란색/파란색 탭을 갖춘 폐기물 투빙
내경 1.65mm



흰색/흰색 탭을 갖춘
시료 투빙, 내경
1.03mm

그림 6.



그림 7.

튜빙의 작은 부분이라도 의심이 있는 경우, 즉시 교체하는 것이 좋습니다. 펌프 투빙에 올바른 압력이 적용되지 않으면, 시료 주입 시스템으로 들어가는 액체 흐름이 불안정할 수 있습니다. 튜빙이 원활하고 효율적으로 펌핑되고 있으면 너무 과도하게 조이지 마십시오. 액체 스트림에 기포가 있다면, 느슨한 연결 또는 시스템의 누출 부분이 있는지를 확인해야 합니다. Nebulizer를 통과하는 액체 흐름이 일정하지 않는다면, 시료가 어떤 주입되는 부위 어딘가에 막힘 현상이 있다는 것을 표시합니다. 이 현상이 발생되면, 이들 구성 요소를 세척해야 하는지를 확인해야 합니다. 분석 끝난 후, 펌프 투빙의 수명을 연장하고 nebulizer 또는 주입기 막힘 현상을 줄이기 위해 몇 가지 간단한 단계를 수행하는 것이 매우 중요합니다. 플라즈마를 중단하기 전에 잠시 동안 적합한 헬륨 액을 흡입하는 것을 확보하십시오. 이는 nebulizer 끝단의 시료 축적을 방지할 수 있습니다. 펌프 투빙과 시료 주입 시스템으로부터 모든 잔류 액체를 확실하게 배출한 후에 플라즈마를 중단할 수 있습니다. 그 다음, 기기의 압력 바로부터 투빙을 꺼내고 고정 슬롯으로부터 브리지(bridge)를 제거하면 투빙은 더이상 펌프 내의 률러로 늘리지 않을 것이며 따라서 회복할 기회가 있게 됩니다. 그런 뒤, 기기의 가장 빠른 가동 시간을 위해 폐기물 용기를 비우고 기기를 대기 모드에 두십시오.

분석 감도 확인

이제 파장 검량을 살펴볼 차례입니다. 이 작업을 주기적으로 수행해야 하며, 빈도는 보통 한달에 한번입니다. 이 절차는 기기가 실제 방출 신호의 위치를 검출기 칩의 실제 픽셀과 관련시키도록 합니다. 이를 수행하기 위해 애질런트의 사전 준비된 파장 검량 용액의 사용을 권장합니다. 이로써 누락 성분 없이 편리하게 사전에 혼합되어 있는 용액으로 재현성을 향상시킬 수 있습니다. 일반적으로 100%이하인 파장 검량 값이 나타나면, 시료가 플라즈마에 도달했는지를 먼저 고려해야 합니다. 그 다음으로 광학장치 부스트 퍼지가 활성화되었고 안정적임을 검증해야 합니다. 많은 경우에 이 작업은 쉽게 잊을 수 있습니다. 부스트 퍼지를 진행하는 시간이 충족하지 않기 때문에 UV 구역에서 일부 파장을 누락할 수 있습니다.

파장 검량 루틴 이외, 특정 기기의 상태 확인을 위해 사용할 수 있는 몇 가지 접근법이 더 있습니다. 기존 Agilent ICP-OES 기기용 소프트웨어에는 현재 기기 성능 상태를 보여주고 문제 발생 시 이를 즉시 강조하여 표시하는 가시적 모니터가 있습니다(그림 8). 또한 소프트웨어는 언제든 성능 테스트를 수행할 수 있도록 함으로써, 기기가 올바르게 작동되는지를 확인할 수 있는 편리한 방법을 제공합니다. 사용자는 모든 시퀀스의 테스트를 다 수행하는 것이 아니라, 원하는 테스트만을 선택하여 수행할 수 있습니다. 예를 들어, 기기 성능 테스트에 중점을 두면 시료 주입 시스템의 잠재적 문제를 드러날 수 있는 감도 또는 정밀도의 잠재적 문제를 즉시 알아볼 수 있습니다. 따라서 이 방법으로 장시간 분석을 시작하기 전, 기기 상태를 매우 빠르고 편리하게 살펴볼 수 있습니다.

그림 8. 가시적 기기 모니터는 주요 기기 성능 상태 및 문제 또는 오류 표시



그림 8.

또한 기기 전체에 걸쳐 진단 또는 문제해결 수행 시 도움이 될 수 있는 몇몇 다른 센서도 있습니다. 게이지는 특정 문제 발생 여부를 즉시 알려줄 수 있습니다. 예를 들어 nebulizer 역압을 통해 nebulizer 내에 축적 현상이 일어나고 있는지를 바로 알 수 있습니다. 축적 또는 막힘 현상이 일어남에 따라 nebulizer 내의 역압은 상승하기 시작합니다. 현재 기기는 역압으로 표시되며 역압이 지나치게 높은 경우에 분석을 중지할 것이지만, 그렇게 되기 전에 여전히 주기적으로 대시보드를 점검함으로써 특정 기기의 상태를 확인할 수 있습니다. 분석을 시작하기 전에, nebulizer 성능을 테스트할 수 있도록 하는 nebulizer 테스트를 볼 수 있습니다.

또 다른 문제, 특히 초보자에 대한 까다로운 과제는 분석법 개발을 위한 파장을 알아내는 것입니다. 이에 대해 기기 내에는 절차를 간소화할 수 있는 소프트웨어 도구가 있습니다. 도구 중 가장 중요한 것은 Agilent 5110 ICP-OES용 Intelliquant 소프트웨어 도구입니다. 이 도구는 시료를 분석하고 모든 발견된 원소의 상대 농도를 강조하여 표시하는 열 지도를 생성할 수 있습니다(그림 9). 분석법 개발의 관점에서 볼 때, 이 기능은 매우 중요합니다. Intelliquant 도구는 또한 사용자에게 보여주는 스펙트럼을 통해 직관적으로 특정 분석물질의 농도에 대한 지표를 제공합니다. 애질런트는 이 도구를 사용하여 정량을 수행하는 것을 도와주기 위해, Intelliquant 절차와 함께 사용하는 정확도를 향상시키는 폭넓은 검량 표준물질도 제공합니다. 이들 표준물질은 키트에 포함되지만, 별도로 구매 가능합니다. 이들 표준물질을 이용하면 기본 검량의 정량을 향상시킴으로써 소프트웨어 사용 시 더

A screenshot of the Agilent 5110 ICP-OES software interface. The top navigation bar includes 'Instrument', 'Connect', 'Plasma', and 'Pump'. The left sidebar has tabs for Status, Configuration, Calibration, Tests (which is selected), Dashboard, and Ignition. The main area has sections for 'Test' (with checkboxes for Subsystem Communications Test, Air Flow, Water Flow, Gas Flows, RF Generator, Camera Test, Optics Test, Instrument Performance, and Advanced Valve System Test), 'Run Tests' (button), 'Stop' (button), 'Report Summary' (table with instrument details like Model: Agilent 5100/5110 SVDV ICP-OES, ID: G8010A/G8014A, Serial Number: AU15280108, Software Version: 7.3.0.8799, Firmware Version: 3354, Tested By: Ross 2, and Test Completed On: 9/27/2016 4:41:32 PM), and 'Result Summary' (table showing test results for each category: Subsystem Communications Test (Pass), Air Flow Test (Pass), Water Flow Test (Pass), Gas Flows Test (Pass), RF Generator Test (Pass), Camera Test (Pass), Optics Test (Pass), Advanced Valve System Test (Skipped), Resolution Test (Pass), Sensitivity Test (Pass), and Precision Test (Pass)).

그림 9. 자동화된 기기 테스트를 통해 기기 성능과 상태를 확인 가능

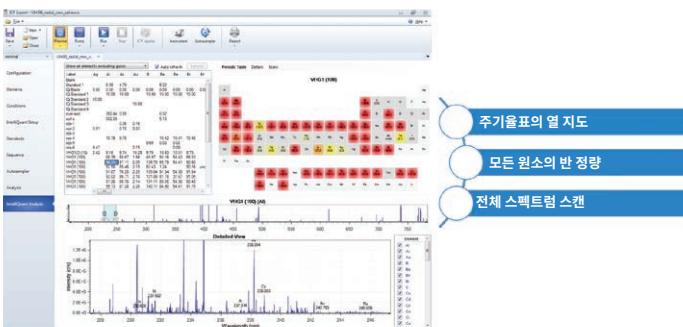


그림 9.

우수한 정확도를 제공합니다. 이 소프트웨어 기능은 이전 Agilent 700 시리즈 ICP-OES 기기에서 지원되지 않지만, Intelliquant 표준물질을 반 정량 워크시트와 결합하여 사용하면 유사한 성능을 성취할 수 있습니다.

많은 사용자가 직면한 또 다른 흔히 발생하는 문제는 저농도 시료 측정입니다. 어떻게 하면 이러한 저농도 분석물질에서 더 우수한 감도를 얻을 수 있습니까? 한 가지 간단한 방법은 반복적으로 판독 시, 판독 시간을 연장하는 것입니다. 1초의 판독 시간을 5초로 늘리면 보다 정확한 신호 측정을 얻을 수 있으며, 물론 이보다 더 긴 시간을 투자하면 더욱 정확한 시료 측정 결과를 얻을 수 있습니다. 이는 검출 한계 성능 내에서 현저한 향상을 성취할 수 있음을 의미합니다.

다른 방법으로는 기기에 설치한 스프레이 챔버의 유형을 바꾸는 것입니다. 내부 버풀이 없는 단일 패스 설계로 바꾸면, 시료 이송 효율성을 향상시키고 더 많은 시료를 플라즈마로 들어가도록 하며, 신호와 검출 한계를 모두 현저히 개선할 수 있습니다. 비소, 셀레늄, 납에 대한 분석 결과에 볼 수 있듯이, 단일 패스 스프레이 챔버로 전환하면 검출 한계 성능을 2배까지 향상시킬 수 있습니다(그림 10). 수소화물을 형성하는 원소, 특히 비소, 셀레늄, 수은과 같은 원소에 대해서는 [Multimode Sample Introduction System\(MSIS\)](#)으로 전환할 수 있습니다. 이 스프레이 챔버와 ICP-OES 및 마이크로웨이브 플라즈마와 함께 사용하면, 일반 원소와 수소화물 원소를 동시에 측정할 수 있습니다. 즉 1개의 시료 분해물을 전처리하면 단일 분해물의 모든 원소를 측정할 수 있습니다 (그림 11). 이 장비를 이용하여 작업하려면 4채널 펌프가 필요합니다. 기기에 4채널 펌프가 장착하지 않는 경우에는 독립형 연동 펌프로 대체할 수 있습니다. 시료는 nebulizer를 통해

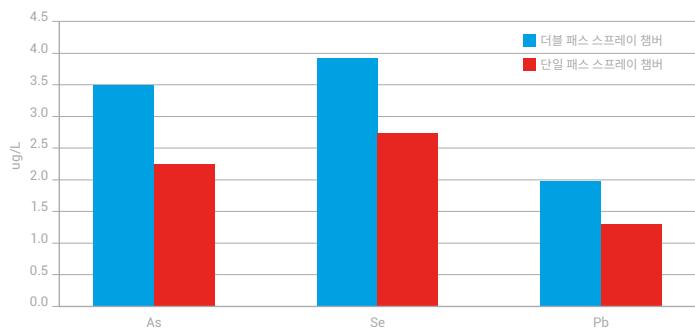


그림 10. 30초의 수평 관측 검출 한계

전통적인 방식대로 펌핑되며, 이를 사용하여 일반 원소의 측정을 수행합니다. 수소화물 원소에 대해, 일부 시료를 스프레이 챔버 바닥을 통해 펌핑하고, 적절한 환원제를 스프레이 챔버 상단을 통해 펌핑합니다. 시료와 환원제 결합 후에는 수소화물을 형성하거나 또는 매트릭스로부터 분석물질을 화학적으로 분리시킬 수 있습니다. 그런 뒤 수소화물 증기를 시료 에어로졸과 함께 플라즈마 내로 들어가게 함으로써 동시에 측정을 가능케 합니다.

왜 이런 작업을 해야 합니까? 이렇게 하면 특히 보통 낮은 감도를 가진 까다로운 원소, 예를 들어 비소, 셀레늄, 안티몬, 수은 등과 같은 원소의 검출 한계를 향상시킬 수 있습니다. MSIS 시스템을 이용하여 작업하면 검출 한계의 자릿수를 향상시킬 수 있습니다. 즉 sub-ppb 범위로 확장시킴으로써, 분석물질을 보다 정확하게 측정할 수 있게 합니다. 기타 원소의 검출 한계 성능은 상대적으로 영향을 받지 않으므로, 모든 일반 원소에 대한 우수한 분석능을 유지하는 동시에 까다로운 원소에 대한 성능만 현저하게 향상할 수 있습니다.

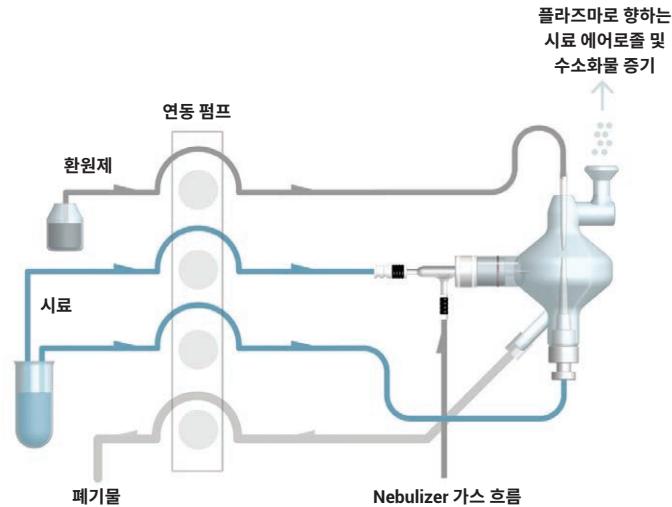


그림 11. MSIS 작동 원리

일상적인 유지보수

다음은 ICP-OES 기기의 성능을 최고로 유지할 수 있도록 하는 권장 유지보수 일정입니다.

매일: 배출 시스템과 아르곤 가스 압력 확인. 주입기, 토치, nebulizer 등 시료 주입 시스템에 막힘 현상 존재 여부를 확인. 연동 펌프 튜브가 지나치게 늘어나는지, 놀린 자리가 없는지를 확인. 스프레이 챔버 내부에 액체 방울이 축적되었는지를 육안으로 검사함으로써, 스프레이 챔버의 원활하고 효율적인 배수 능력 확보

주간: 토치 보닛 또는 Axial ICP의 pre-optics 콘과 같은 시료 주입 구성 요소 세척, ICP-OES 기기와 함께 사용하는 냉각기 내의 수위 확인

월간: 스프레이 챔버 및 nebulizer 세척, 세척 과정 중 모든 기타 이송 튜빙 점검, 마모된 요소를 교체. 기기 및 냉각기의 공기 필터 청결성 확인, 시스템과 냉각수의 효율적인 냉각을 위해 축적된 먼지나 오염물 제거. 기기의 물 필터를 주기적으로 세척, 아르곤 필터를 교체해야 할 수 있음. 많은 경우에, 이러한 작업은 애질런트 현장 서비스 엔지니어들이 예방 유지보수 서비스의 일환으로 수행하므로, 서비스 계약을 맺은 고객은 자체로 이러한 작업을 하실 필요가 없습니다.

기타 일반적인 문제

고객들은 플라즈마 점화의 관련 문제를 자주 문의하십니다. 일반적으로 플라즈마 점화 문제의 가장 흔한 원인은 시료 주입 시스템 내의 공기 누출입니다. 느슨해진 피팅이 있는지, 훼손된 구성 요소가 있는지, 기기에 올바르게 장착되지 않은 피팅이 있는지 (특히 구형 기기에서)를 확인하십시오. 5100 시리즈 ICP-OES와 같은 기존 기기는 자동 연결되므로, 이와 같은 문제가 존재하지 않습니다. 동일한 이유로 구형 기기에서의 토치 위치를 확인하고, 토치가 정확한 위치에 있도록 보증해야 합니다. 다른 일반적인 문제는 기기의 긴급 중단 버튼을 눌렀을 경우, 수동으로 리셋을 하지 않으면 플라즈마 점화를 억제할 수 있습니다.

또한 고농도 시료 측정 시의 메모리 이펙트에 관한 문제도 자주 발생됩니다(그림 12). 저농도 시료에서의 봉소, 수은, 몰리브덴, 스트론튬 및 아연을 포함한 다양한 일반 원소에 대한 첫 번째 반복 분석 결과는 높지만, 그 후의 판독 결과는 훨씬 낮게 나타나 정밀도 문제를 초래합니다. 이를 해결하려면 매트릭스와 일치하는 산성화된 헹굼 용액을 사용하고 적절한 헹굼 시간 내에 작업하십시오. 대부분의 응용에 대한 헹굼 시간은 최소 30초이여야 합니다. 이와 관련한 더 많은 문제 발생 시, 다른 접근법을 사용할 수 있습니다. 예를 들어, 소프트웨어 내의 스마트 헹굼 기능을 사용해 특정 분석물질의 세척을 최적화하고 모니터링할 수 있습니다. 전환 밸브를 이용하면 세척 특성을 향상시킬 수 있으며,

또한 더 우수한 세척 특성을 갖춘 다른 종류의 스프레이 챔버를 이용할 수도 있습니다.

ICP-OES 기기에서 자동 시료 주입기를 사용한다면, 잠재적으로 발생 가능한 문제에 대해 고려해야 합니다. 예를 들어 두 시스템을 연결하는 데에 보다 긴 이송 튜브가 필요하기 때문에, 더 긴 주입 시간이 소요되거나, 메모리 이펙트 등 문제를 발생할 수 있습니다. 이상적인 상황에는, 빠른 펌프를 이용하여 주입 지연(uptake delay)을 최소화해야 합니다. 적절한 프로브를 사용하십시오. 용존 고형물의 농도가 높은 시료 또는 점도가 높은 시료 분석 시, 기기에서 보다 넓은 내경의 프로브를 사용해 프로브 막힘 현상이 없도록 보증해야 합니다.

또한 자동 시료 주입기의 분석 대기 동안에 시료가 문제를 발생 할 가능성도 고려해야 합니다. 여기에는 실험실 내 먼지 또는 오염물로 인한 문제를 포함할 수 있으며, 또는 시료의 사전 농축을 야기하는 시료의 기화도 포함할 수 있습니다. 분석 대기 동안에 시료는 바이알 밖으로 침전될 수도 있습니다. 이와 같은 문제들을 감안하고 적절한 접근법을 적용해야 합니다.

마지막으로, ICP-OES 시스템의 작동을 유지하기 위해 예비 시료 주입 구성 요소를 갖추는 것을 권장합니다. 예비 튜빙, 토치, nebulizer, 스프레이 챔버와 같은 구성 요소는 특정 구성 요소가 훼손 또는 막힘 현상이 발생했을 경우, 기기의 가동 성능을 유지할 수 있도록 합니다. 예비 부품을 보유하면, 구성 요소 교체를 통해 분석 작업을 계속 수행하는 동시에 초기 문제를 해결할 수 있습니다. 애질런트는 ICP-OES 기기를 지원하는 다양한 소모품 키트를 제공하며, 이는 기기의 일상적인 운용을 지원하는 핵심 소모품을 쉽게 보유할 수 있는 방법입니다. 이 키트는 5100 시리즈 ICP-OES 기기에서 이용 가능하며(그림 13), 700 시리즈 기기와 같은 이전 세대의 기기에서도 이용 가능합니다.

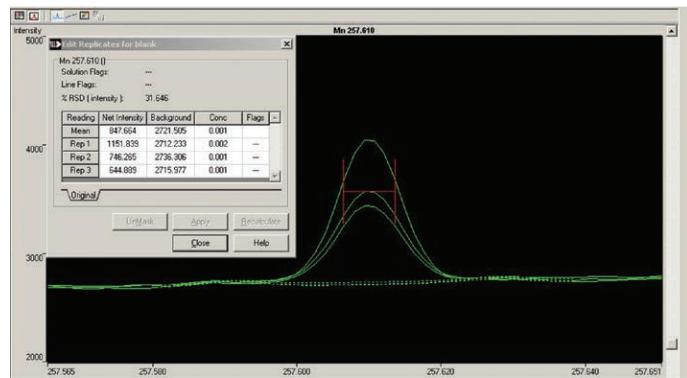


그림 12.

작동 소모품 키트 구성 요소

1 Easyfit demountable torch with 2 spare outer tubes
4 packs pump tubing (for sample + waste)
1 pack int. standard pump tubing and connectors
SeaSpray nebulizer (U series)
1 pack of 0.75mm id Unifit sample connectors for nebulizer
1 x Ezylok gas connector for nebulizer
Twister spray chamber with Helix seal
1 pack of Unifit connectors for spray chamber drain
Spare torch clamp for the spray chamber ball joint socket
Spare pre-optic window (axial kit includes an extra window for the radial view)
Spare O-ring or washer for the pre-optic window
Capillary tubing for sample inlet
Nebulizer gas supply tubing
Drain tubing for spray chamber with 2 x barb connectors
Drain tubing for instrument spill tray
1 pack of Helix seals for spray chamber nebulizer inlet

그림 13.

리소스

[ICP-OES 리소스 페이지](#)

[문제 해결 동영상](#)

[Agilent PlasmaNet ICP-OES 이메일 지원 포럼](#)

[5100/5110 ICP-OES 빠른 참조 안내서](#)

[ICP-OES 부품 및 소모품 \(온라인 스토어\)](#)

[애질런트 원자 분광기 응용 자료](#)

[애질런트 분광기 소모품 카탈로그](#)

[원자 분광기용 애질런트 고품질 무기 및 금속-유기 표준물질](#)

[PerkinElmer ICP-OES 및 ICP-MS 시스템용 애질런트 소모품
카탈로그](#)

[Agilent MSIS 기술 개요](#)

[녹화된 원자 분광기에 관한 애질런트 웨비나](#)

요약

Agilent ICP-OES 기기는 여러 애질런트 원자 분광기 시스템 중의 하나 뿐입니다. 애질런트는 전통적인 원자 흡수, ICP-OES, ICP-MS (상대적으로 새로운 QQQ ICP-MS 포함) 또는 마이크로웨이브 플라즈마 시스템 등 모든 종류의 응용 분석을 위한 기기를 제공합니다.

이 프리젠테이션에서 애질런트는 분석자가 실험실에서 직면할 수 있는 문제점에 대해 소개하였습니다. 실험실 내의 고장 또는 예상치 못한 가동 중단 시간의 잠재적 원인 중 가장 일반적인 것은 시료 주입 시스템의 문제로 귀인될 수 있음을 설명하였습니다. 때문에 시료 주입 방면의 유지보수에 중점을 두면, 예상치 못한 가동 중단 시간 발생의 위험성을 낮출 수 있습니다. 애질런트는 또한 이와 같은 문제의 재발생을 방지하기 위해, 실험실 내에서 표준 작업 절차서를 수립할 때 사용할 수 있는 일부 지침과 유지보수 절차도 제공하였습니다.

저자 소개

Eric Vanclay(분광기 소모품 마케팅 관리자,
Agilent Technologies, 오스트레일리아 멤버른)



Eric은 오스트레일리아 멤버른의 모나쉬대학교에서 졸업하였으며, 1985년에 BSc 학위를 받았습니다. Eric은 1988년에 Varian에 취직하였고 원자 흡수 제품 관리자, 유럽 현장 판매/응용 영업 담당자, ICP-OES 제품 관리자 및 MP-AES 제품 관리자를 포함한 여러 직무를 담당하였습니다. 애질런트 테크놀로지스가 Varian을 인수한 후 Eric은 분광기 소모품 제품 마케팅 관리자 역할을 맡아 분광기 소모품의 현장 영업 지원, 고객 지원, 제품 개발 및 마케팅을 책임졌습니다. 그는 원자 분광기 방면의 기술에서 30년 이상의 경험을 보유하고 있으며, 오스트레일리아 멤버른에 위치한 애질런트의 분광 기술 및 혁신 센터에서 근무 중입니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019

2019년 4월 11일, 한국에서 인쇄

5994-0858KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418

한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부

고객지원센터 080-004-5090

www.agilent.co.kr

