

Agilent 5800 VDV ICP-OES를 사용한 산업 폐기물 시료 분석

운영 및 시료에 관한 인사이트를 제공하는 스마트한
도구들

복잡한 시료 분해물 분석

중국 분석법 HJ 781-2015에는 4가지 산을 이용한 마이크로파 분해 프로그램을 사용하여 준비한 고품질 폐기물 시료에서 22개의 원소를 측정하는 절차가 명시되어 있습니다. 이러한 복잡한 시료 분해물에는 종종 분석법에서 표적화되지 않은 원소가 포함됩니다. 이러한 추가적(그리고 종종 알려지지 않은) 원소의 존재가 고려되지 않으면 스펙트럼 간섭을 일으킬 수 있습니다. 스펙트럼 간섭은 결과 오류를 초래하여 시료를 재측정해야 하는 상황으로 이어져 분석 시간이 길어질 수 있습니다.

Agilent IntelliQuant 기능은 가능한 스펙트럼 간섭과 예상치 못한 원소를 자동으로 식별하여 시료 구성에 대한 귀중한 인사이트를 제공합니다. IntelliQuant는 수 초 내에 시료에서 최대 70개의 원소를 식별할 수 있습니다. 얻어진 데이터를 필터링하여 관심 대상(원소)만 표시할 수 있습니다.

이 연구에서는 산업 폐기물 NIST SRM 2782를 분석하여 기기 성능을 입증했습니다. 결과는 표 1에 표시되어 있습니다. 회수율은 $\pm 10\%$ 이내였습니다.

표 1. Agilent 5800 ICP-OES에서 중국 표준 HJ 781-2015를 준수하는 분석법을 이용하여 NIST SRM 2782에 따라 측정된 22개 원소 중 9개에 대한 결과. 전체 결과 목록은 애질런트 문서 번호 5994-1542에 나와 있습니다.

원소 및 파장(nm)	MDL (mg/kg)	HJ 781 MDL 사양 (mg/kg)	측정된 SRM (mg/kg)	Expected (mg/kg)	SRM 회수율 (%)
As 188.980	0.0711	-	164	166	99
Cd 228.802	0.0103	0.1	3.82	4.17	92
Cr 267.716	0.0395	0.5	102	109	94
Cu 327.395	0.0337	0.4	2690	2594	104
Fe 273.358	1.96	8.9	267000	269000	99
Mo 204.598	0.0299	-	9.98	10.07	99
Ni 221.648	0.0247	0.4	151	154.1	98
Pb 220.353	0.0571	1.4	533	574	93
Zn 206.200	0.0216	1.2	1200	1254	96

IntelliQuant로 얻은 시료에 관한 결과

Agilent IntelliQuant 기능을 사용하여 SRM 분석에서 탁월한 회수율을 얻을 수 있었습니다. HJ-781 분석법은 세 개의 Zn 방출 라인이 사용 가능한 것으로 지정합니다. 이 세 개의 라인은 각각 213.857, 202.548 및 206.200nm입니다. IntelliQuant를 사용하여 산업 폐기물 SRM 분해물을 스캔한 결과, IntelliQuant가 그림 1의 해당 라인에 부여한 별 1개의 신뢰도 등급으로 알 수 있듯이 두 라인(213.857 및 202.548nm)에서 간섭이 식별되었습니다. IntelliQuant는 Zn 분석에 사용할 수 있는 5가지 다른 가능한 파장을 제시했습니다(그림 1 참조). 이 분석법에 명시된 파장 중 하나인 Zn 206.200nm과 Zn 334.502nm에 가장 높은 신뢰도 등급(별 5개)이 주어졌습니다. 그러나, Zn 206.200nm의 감도는 334.502nm보다 높은 것으로 확인되었고, 따라서 더 나은 검출 한계를 제공합니다. Zn 210.442는 농도 이상치로 간주되어 별점이 하나만 부여되었습니다. 이 파장을 사용하여 생성된 분석 결과는 신뢰할 수 없습니다.

Element Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
Zn		213.857	1 ?	1.24E+003	1212579.2	7775.5
		202.548	2 ?	1.15E+003	1062096.4	4446.7
		206.200	5 *****	1.09E+003	522555.7	2818.9
		334.502	5 *****	1.23E+003	35244.5	18179.2
		330.258	4 ****	1.20E+003	5132.0	6640.6
		210.442	3 ?	1.63E+003	2057.0	2477.1
		207.908	4 ****	1.10E+003	1462.8	2605.0

1 분석물질: Zn(213.857)
신뢰도: 매우 낮음
간섭: Fe(213.859)
신뢰도: 매우 높음

2 분석물질: Zn(202.548)
신뢰도: 매우 낮음
간섭: Cu(202.549)
신뢰도: 매우 높음

3 분석물질: Zn(210.442)
신뢰도: 매우 낮음
농도 이상치

그림 1. IntelliQuant 별표 등급 시스템은 데이터 분석을 통해 동일한 원소에 여러 방출 파장 등급을 지정합니다. "?" 기호를 클릭하면 파장 등급이 낮은 이유가 표시됩니다.

시료 처리량에 따른 기기 유지보수 일정 계획

ICP-OES의 시료 도입 시스템에서는 산업 폐기물과 같은 복잡한 시료를 분석하기가 부담스러울 수 있습니다. 이로 인해 분석 성능이 떨어지고 소모품 비용이 높아지며 계획되지 않은 기기 가동 중단 시간이 발생할 수 있습니다. 경과 시간이 아니라 측정된 용액 수에 기반하여 유지보수 일정을 계획하면 이러한 영향을 줄일 수 있습니다.

Agilent 5800 및 5900 기기에는 지정된 수의 시료 처리 후, 유지보수 메시지를 표시하도록 알람을 설정할 수 있는 조기 유지보수 피드백(EMF) 기능이 있습니다. 특정 시료 유형에 대한 권장 알람 설정을 자동으로 생성할 수 있습니다. 이로 인해 복잡한 시료를 측정할 때 기기 유지보수가 더 자주 이루어져 우수한 분석 성능이 지속적으로 유지됩니다.

이상치 결과에 자동으로 플래그 지정

분석 데이터의 품질을 평가할 때 동일 원소의 여러 파장에서 얻은 결과를 비교하는 것이 유용했습니다. 이를 위해 OCF(Outlier Conditional Formatting) 소프트웨어 기능이 사용되었습니다.

OCF 기능에 의해 세 개의 Pb 파장을 사용하여 얻은 결과 사이의 차이가 지정된 정밀 임계값을 초과한다는 사실이 밝혀졌습니다. 검토 대상임을 나타내기 위해 결과에 플래그가 지정되었습니다(그림 2).

동일한 원소에 대해 약간 다르게 나온 세 가지 결과를 IntelliQuant로 식별하여 그 결과를 출력하였습니다. 이 경우 IntelliQuant 알고리즘이 220.353nm Pb 방출 라인에 가장 높은 신뢰 등급을 부여하여 이 결과가 가장 정확한 것으로 간주되었습니다.

Solution Label	Outlier Summary	Pb 220.353 nm ppm	Pb 283.305 nm ppm	Pb 405.781 nm ppm
Sample 1	F	184.5	390.0	206.5
Sample 2	F	4799.4	5512.0	5402.1
Sample 3	F	466.5	1251.5	502.4
Sample 4	F	374.7	603.1	427.3
Sample 5	F	480.0	1265.6	504.4
Sample 6	F	4890.5	5625.9	5511.1

그림 2. 이상치 요약 열에 여섯 개의 결과 모두에 플래그가 지정되었습니다. 이를 통해 분석가는 여러 파장을 사용하여 확인된 Pb 농도에 차이가 있음을 알 수 있습니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 11월 10일, 한국에서 인쇄
5994-1479KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국에일린트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr