

# Automatisierung des Arbeitsablaufs für die Analyse von Böden mittels ICP-OES

Produktive Analyse von Proben mit hohem  
Matrixanteil mit dem Agilent 5800 ICP-OES  
mit Advanced Dilution System



## Autor

Daniel McCarthy  
Agilent Technologies, Inc.

## Einleitung

Um die für viele Umweltanalytiklabore typischen hohen Probenaufkommen zu bewältigen, benötigen ICP-OES-Benutzer Geräte, die schnelle Analysezeiten von Probe zu Probe bieten und Ergebnisse gleichbleibend hoher Qualität liefern. Agilent hat das Advanced Dilution System (ADS 2) für ICP-OES- (und ICP-MS-) Geräte von Agilent entwickelt. Das ADS 2 ist ein intelligentes automatisches Verdünnungssystem, das ein Advanced Valve System (AVS) umfasst. Das System steigert die Produktivität von ICP-OES-Arbeitsabläufen, indem es zahlreiche manuelle Aufgaben über die Analysensequenz hinweg automatisiert.<sup>1</sup>

Die erfolgreiche Durchführung einer ICP-OES-Methode beruhte traditionell auf manuellen Aufgaben, die von einem Analytiker ausgeführt wurden. Beispiele für diese Aufgaben sind die Zubereitung von Kalibrierungsstandards und Verdünnung von Proben als Bestandteile eines allgemeinen Verfahrens für die Probenvorbereitung. Auch wenn die ersten Messungen der Proben Ergebnisse liefern, die oberhalb des Kalibrierungsbereichs und/oder linearen dynamischen Bereichs liegen, würde der Analytiker die Proben weiter verdünnen. In jeder dieser manuellen Phasen kann es zum Eintrag von Kontamination aus Reagenzien oder zu Benutzerfehlern kommen, die die Qualität der Ergebnisse potenziell beeinträchtigen.

Die Integration eines Schaltventils als Teil des ICP-OES-Probenaufgabensystems kann den Probendurchsatz signifikant erhöhen. Die zusätzliche Integration von Zubehör für die automatisierte Verdünnung kann helfen, Benutzerfehler in Verbindung mit der manuellen Durchführung von Verdünnungen zu beseitigen. Die Funktionsweise vieler automatisierter Verdünnungssysteme macht jedoch die Vorteile hinsichtlich des Probendurchsatzes eines Schaltventils teilweise zunichte, indem der Probendurchlauf verlangsamt wird, wenn keine Verdünnungen durchgeführt werden. Mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2 hingegen können Benutzer bei der Zubereitung von Kalibrierungsstandards und Verdünnung von Proben von allen Vorteilen der Automatisierung arbeitsintensiver und fehleranfälliger Prozesse profitieren. Alle diese Vorteile lassen sich realisieren, ohne die mit dem AVS 7 Schaltventil erzielten Vorteile hinsichtlich des Probendurchsatzes zu beeinträchtigen. Wenn keine Verdünnungen erforderlich sind, wirkt sich das Zubehör nur minimal auf die Messzeit von Probe zu Probe aus.

In dieser Studie wurde ein Agilent 5800 Vertical Dual View (VDV) ICP-OES mit einem AVS 7 Schaltventil und automatischen Verdünnungssystem ADS 2 (Abbildung 1) verwendet, um Bodenproben nach der EPA-Standardmethode 6010D zu analysieren.<sup>2</sup> Da der Inhalt von Bodenproben stark variiert, erfordert die Methode die Verwendung einer breiten Palette von Kalibrierungsstandards. Die Fähigkeit des ADS 2, lineare Kalibrierungen zu erstellen und Proben mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrationsbereichs reaktiv zu verdünnen, ermöglichte dem 5800 ICP-OES mit AVS 7, qualitativ hochwertige Daten zu erzeugen und Zeiten von Probe zu Probe zu erreichen, die sich für Applikationen mit hohem Durchsatz eignen.

Bodenproben wurden durch einen Mikrowellen-gestützten Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>)-Aufschluss gemäß EPA-Methode 3051A vorbereitet.<sup>3</sup> Die in dieser Studie berichteten 32 Elemente umfassen Silber, Aluminium, Arsen, Bor, Barium, Beryllium, Calcium, Cadmium, Cer, Kobalt, Chrom, Kupfer, Eisen, Quecksilber, Kalium, Lithium, Magnesium, Mangan, Molybdän, Natrium, Nickel, Phosphor, Blei, Antimon, Selen, Zinn, Strontium, Titan, Thallium, Vanadium, Zink und Zirkonium.

## Experimentelles

### Geräte

#### ICP-OES

Alle Messungen wurden mit dem 5800 VDV ICP-OES durchgeführt, das mit der Agilent ICP Expert Pro-Software betrieben wurde. Die stehende (vertikale) Fackel des 5800 ICP-OES gewährleistet robuste Messungen über erweiterte Zeiträume hinweg für eine breite Palette von Proben einschließlich hoch variabler Bodenproben, die mit der EPA-Methode 6010D analysiert werden können. Darüber hinaus ermöglicht der hochentwickelte VistaChip III-Detektor mit schneller, kontinuierlicher Wellenlängenabdeckung es dem Analytiker, ohne Zeitverzögerungen bei der Analyse mehrere Wellenlängen für jedes Element auszuwählen.



**Abbildung 1.** Agilent 5800 VDV ICP-OES mit integriertem AVS Schaltventil (links), Agilent ADS 2 (Mitte) und automatischem Probengeber Agilent SPS 4 (rechts).

### Automatisches Verdünnungs- und Probenvorbereitungssystem

Für die automatisierte Verdünnung, schnelle Probenanalyse und hohe Probendurchsätze wurde das 5800 VDV ICP-OES mit dem ADS 2 und einem automatischen Probengeber Agilent SPS 4 (Abbildung 1) ausgestattet.

Das ADS 2 ist ein automatisches Verdünnungssystem mit zwei Spritzen und drei Ventilen, das neben dem Gerät platziert wird und vollständig über die ICP Expert Pro-Software\* gesteuert wird. Bei der Durchführung automatisierter Verdünnungen geben die Spritzen schnell Verdünnungsmittel und Probenmaterial in einem präzisen Verhältnis in eine Schleife, um Verdünnungsverhältnisse zwischen 2 und 400 zu erzielen. Wenn keine automatisierte Verdünnung durchgeführt wird, ermöglicht ein Schaltventil der Probe, das ADS 2 System fast vollständig zu umgehen. Dieses Design gewährleistet, dass die Vorteile der schnellen Probenaufnahme und der hohe Probendurchsatz erhalten bleiben, wenn Proben keine Verdünnung erfordern.

Das 5800 ICP-OES war mit einer Double-Pass-Twister-Zerstäuberkammer aus Glas, einer zerlegbaren Easy Fit Fackel mit 1,8-mm-Injektor und einem SeaSpray Zerstäuber ausgestattet. Die Betriebsbedingungen des Geräts sind in Tabelle 1 bis 3 aufgeführt.

\* Das ADS 2 ist mit ICP Expert ab Version 7.7 kompatibel

**Tabelle 1.** Geräte- und Methodenparameter des Agilent 5800 VDV ICP-OES.

Parameter	Einstellung	
	Axial	Radial
Beobachtungsmodus		
Lesezeit (s)	10	10
Replikate	3	3
Probenaufnahmeverzögerung (s)	0	
Stabilisierungszeit (s)	10	0
Spülzeit (s)	0	
Pumpgeschwindigkeit (U/min)	12	
Hochfrequenzleistung (kW)	1,2	
Zusatzfluss (l/min)	1	
Plasmafluss (l/min)	12	
Zerstäuberfluss (l/min)	0,7	
Beobachtungshöhe (mm)	n. z.	8
Probenpumpenschlauch	Weiß-weiß	
Pumpenschlauch für internen Standard	Schwarz-schwarz	
Abfallpumpenschlauch	Blau-blau	
Untergrundkorrektur	Off-Peak links/rechts*	

\* Die Off-Peak-Untergrundkorrektur und Interelementkorrektur (IEC) werden typischerweise von Analytikern verwendet, die die US EPA-Methode 6010D ausführen.

**Tabelle 2.** Systemparameter des Agilent AVS 7 Schaltventils.

Parameter	Einstellung
Probenschleifengröße (ml)	1,5
Pumprate – Aufnahme (ml/min)	40
Pumprate – Injektion (ml/min)	7
Ventilaufnahmeverzögerung (s)	11
Blasen-Injektionszeit (s)	1,4
Präemptive Spülzeit (s)	2

**Tabelle 3.** Parameter des automatischen Verdünnungssystems ADS 2 von Agilent.

Parameter	Einstellung
Verdünnungsschleifengröße (ml)	1,5
Träger-Spritzenvolumen (ml)	5
Verdünnungsmittel-Spritzenvolumen (ml)	10

## Zubereitung von Standards und Probenvorbereitung

### Kalibrierungsstandards

Die Kalibrierungsstandard-Stammlösungen und Interferenzkorrekturstandards wurden anhand von verschiedenen Einzelement-Stammlösungen zubereitet, die von High-Purity Standards (Charleston, SC, USA) bezogen wurden\*. Vier hochkonzentrierte Stammlösungen mit verschiedenen Kombinationen der Einzelement-Kalibrierstandards wurden in 10%iger HNO<sub>3</sub> zubereitet.

Mehrere Verdünnungen der Kalibrierungsstandard-Stammlösungen wurden dann automatisch inline zubereitet und vom ADS 2 System in das 5800 ICP-OES eingeleitet. Die Kalibrierungsstandards wurden mit Verdünnungsfaktoren von 100, 10 und 1 (unverdünnt) analysiert. Wenn der Kalibrierungsbereich mehrere Größenordnungen abdecken muss, ermöglicht das ADS 2 System die Verwendung mehrerer separater Standard-Stammlösungen mit Elementen in verschiedenen Konzentrationen.

### Referenzmaterialien und Proben

Die Genauigkeit der Methode wurde durch die Analyse von drei NIST-Standard-Referenzmaterialien (SRM) beurteilt: 2709a San Joaquin Soil, 2710a Montana Soil I und 2711a Montana Soil II. Eine interne Standardlösung (IS) mit 5 ppm Yttrium (Y), 5 ppm Lutetium (Lu), 5 ppm Iridium (Ir) und 100 ppm Rubidium (Rb) in 10%iger HNO<sub>3</sub> wurde vom AVS 7 automatisch inline zu allen Lösungen hinzugefügt.

### Probenvorbereitung

Die SRM-Bodenproben wurden gemäß den Richtlinien in EPA 3051A für die Analyse vorbereitet. Ca. 0,75 g jeder Probe wurden präzise abgewogen und in ein sauberes Quarz-Mikrowellengefäß überführt. Die Proben wurden zum Voraufschluss ca. 15 Minuten lang in 6 ml deionisiertem (DI) 18-MQ-Wasser (Millipore) und 6 ml HNO<sub>3</sub> (Merck) belassen. Das Gefäß wurde dann verschlossen und zum Aufschluss mit dem in Tabelle 4 angegebenen Programm in einem CEM Blade Mikrowellen-Aufschlussystem (CEM Corporation, NC, USA) platziert. Nach der Kühlung wurden die Lösungen mit deionisiertem Wasser auf 50 ml gebracht. Die Proben wurden mit einem Vortexmischer gründlich gemischt und anschließend 10 Minuten lang bei 3000 U/min zentrifugiert.

\* Agilent Einzelement-Kalibrierstandards sind ebenfalls erhältlich.

**Tabelle 4.** Mikrowellen-Methodenparameter.

Parameter	Einstellung
Temperatur (°C)	115
Druck (psi)	700
Temperaturanstieg (min)	5
Wartezeit (min)	10

### Vorgegebene automatisierte Verdünnung

Das automatische Verdünnungssystem ADS 2 kann verwendet werden, um eine zusätzliche vorgegebene Verdünnung der Probe durchzuführen. Der Analytiker legt einen Verdünnungsfaktor in der ICP Expert-Software fest und das ADS 2 führt dann die Verdünnung automatisch als Teil des Arbeitsblattlaufs durch. Die vorgegebene automatisierte Verdünnung ist ein nützliches Werkzeug für Labore, die traditionell vor der Messung eine manuelle Verdünnung einiger oder aller Proben durchführen. Diese Vorverdünnung wird typischerweise für Proben, die einen zusätzlichen Verdünnungsschritt nach der ersten Vorbereitung erfordern, sowie für Proben mit bekannten Elementen mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrierungsbereichs (insbesondere schwierig zu spülende Elemente wie Bor) oder Proben mit übermäßig hohem Matrixanteil durchgeführt. Die vorgegebene automatisierte Verdünnung kann auch verwendet werden, um Lösungen für die Qualitätskontrolle (QK) wie Lösungen für die anfängliche und kontinuierliche Kalibrierungsüberprüfung (ICV, CCV) sowie QK-Lösungen mit niedriger Konzentration (LL) mit einem bekannten Verdünnungsfaktor anhand einer vorgefertigten Stammlösung zuzubereiten. Die Automatisierung der Zubereitung von QK-Lösungen beseitigt eine weitere potenzielle Fehlerquelle und ermöglicht es dem Benutzer, die Datenanalyse mit der Gewissheit durchzuführen, dass die Lösungen korrekt zubereitet wurden. Für die Zubereitung der QK-Lösungen in dieser Studie wurde das ADS 2 verwendet.

### Reaktive automatisierte Verdünnung und Zusammenfassung der Ergebnisse

Das ADS 2 System führt die automatisierte Verdünnung jeglicher Proben durch, die die QK-Parameter überschreiten. Wenn eine Probe die vom Benutzer festgelegten Konzentrationsgrenzen überschreitet, berechnet die ICP Expert-Software den erforderlichen Verdünnungsfaktor, um die außerhalb des zulässigen Bereichs liegenden Analyten in den Kalibrierungsbereich zu bringen. Die entsprechende Probe wird dann nach der automatisierten Verdünnung reanalysiert.

Benutzer des ADS 2 haben ein hohes Maß an Kontrolle darüber, welche Ergebnisse eine reaktive automatisierte Verdünnung auslösen. Benutzer können die reaktive automatisierte Verdünnung für ihre Methoden einfach auf Basis von Wellenlängen ein- und ausschalten und diese Einstellungen auf alle Proben in ihrem Arbeitsblatt anwenden. Es kann auch präzise definiert werden, welche Wellenlängen eine automatisierte Verdünnung für verschiedene

Probenchargen innerhalb eines Arbeitsblatts oder auf Basis einzelner Proben auslösen. Diese Option kann erhebliche Zeiteinsparungen in Situationen ermöglichen, in denen es nicht erforderlich ist, für alle Analyten in allen Proben Ergebnisse innerhalb des Kalibrierungsbereichs zu erzielen.

Außerdem können Benutzer kontrollieren, welche Verdünnungsfaktoren von der Software erzeugt werden, wenn eine Konzentration oberhalb des Kalibrierungsbereichs auftritt. Mit der ICP Expert-Software können Benutzer die reaktive Verdünnung wählen, um Konzentrationen oberhalb des Kalibrierungsbereichs entweder auf die Mitte oder das untere Ende des Kalibrierungsbereichs eines Analyten zu reduzieren. Diese Option ermöglicht Verdünnungen, die Ergebnisse höchster Genauigkeit produzieren, indem die verdünnte Konzentration an einem Punkt gemessen wird, an dem die Kalibrierung bekanntermaßen linear ist.

Wenn durch Wiederholungsanalysen mehrerer Verdünnungen für eine Probe mehrere Ergebnissätze produziert wurden, kann die ICP Expert-Software dem Benutzer ein einzelnes Ergebnis als „Zusammenfassung“ anzeigen. Das zusammenfassende Ergebnis besteht nur aus den Analyt-Ergebnissen jeder Verdünnung, die (gemäß den vom Benutzer festgelegten QK-Parametern) akzeptabel sind. Weder für die Verdünnung noch für die Erstellung der Ergebniszusammenfassung ist ein Eingriff des Analytikers erforderlich, was erhebliche Einsparungen an Arbeitszeit ermöglicht und die Akzeptanzraten für Probenergebnisse erhöht.

## Ergebnisse und Diskussion

### Nachweisgrenzen des Geräts und der Methode

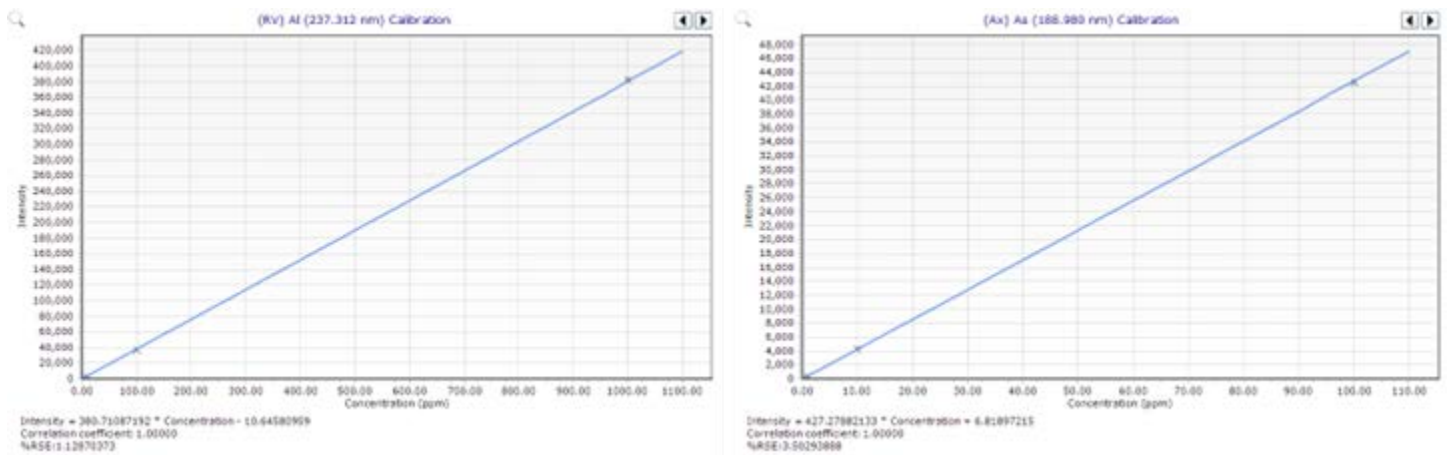
Die Nachweisgrenzen des Geräts (IDL) wurden unter den in Tabelle 1 angegebenen Betriebsbedingungen für das 5800 VDV ICP-OES bestimmt. Nach der Bestimmung der IDL wurde eine versetzte Lösung mit einer 300- bis 500-fachen Konzentration des IDL in 10%iger HNO<sub>3</sub> zubereitet (dieselbe Matrix, die für die Kalibrierungslösungen verwendet wurde). Diese Lösung wurde dann mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2 für die Messung mit der drei- bis fünffachen IDL zubereitet. Um die Nachweisgrenze der Methode (MDL) zu ermitteln, wurde die Lösung über drei Tage 10 Mal analysiert. Die MDL wurde als Drei-Sigma-Wert der Messung der versetzten Lösung berechnet (Tabelle 5).

**Tabelle 5.** MDL in Lösung und in der Probe basierend auf 0,75 g Probe in 50 ml.

Element	Wellenlänge (nm)	MDL in Lösung (mg/l)	MDL in Probe (mg/kg)	Element	Wellenlänge (nm)	MDL in Lösung (mg/l)	MDL in Probe (mg/kg)
Ag	328,068	0,0004	0,0225	Mn	257,610	0,0001	0,0072
Al	237,312	0,0214	1,37	Mo	204,598	0,0011	0,0692
As	188,980	0,0039	0,252	Na	589,592	0,0071	0,454
B	249,678	0,0003	0,0158	Ni	231,604	0,0005	0,034
Ba	233,527	0,0002	0,0117	P	213,618	0,0004	0,0264
Be	313,107	2E-05	0,0013	Pb	220,353	0,0028	0,175
Ca	317,933	0,0036	0,231	Sb	217,582	0,0063	0,399
Cd	214,439	0,0001	0,0068	Se	196,026	0,0038	0,244
Ce	418,659	0,001	0,0653	Si	251,611	0,0013	0,0817
Co	230,786	0,0006	0,0348	Sn	189,925	0,0038	0,239
Cr	205,56	0,0003	0,0181	Sr	421,552	0,0001	0,0044
Cu	327,395	0,0004	0,0239	Ti	334,941	0,0001	0,0053
Fe	238,204	0,0008	0,0487	Tl	190,794	0,0046	0,29
Hg	184,887	0,001	0,0644	V	292,401	0,0008	0,0527
K	766,491	0,0903	5,75	Zn	206,2	0,0005	0,0331
Li	670,783	0,0012	0,0779	Zr	327,307	0,0002	0,0127
Mg	285,213	0,0005	0,0295				

### Automatisierte Kalibrierung und Linearität

Abbildung 2 zeigt repräsentative Kalibrierungskurven für ein Mengenelement (Al) und ein Spurenelement (As). Bei allen Kalibrierungen wurde ein minimaler Korrelationskoeffizient von  $\geq 0,9998$  aufrechterhalten. Alle Kalibrierungen aller Elemente wurden vom ADS 2 durch die automatisierte Verdünnung von einzelnen Standard-Stammlösungen mit Verdünnungsfaktoren von 100x, 10x und 1x erstellt. Der Einschluss einer Blindprobe ergab eine Vier-Punkt-Kalibrierung für jedes Element über einen weiten Konzentrationsbereich hinweg.



**Abbildung 2.** Repräsentative Kalibrierungskurven für Al und As mit einer Blindprobe sowie 1-, 10- und 100-ppm-Standards. Die Kalibrierungspunkte wurden durch Verdünnung von Einzelelement-Standard-Stammlösungen mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2 von Agilent erzeugt.

### SRM- und Matrix-Spike (MS)-Wiederfindungstests

Tabelle 6 zeigt die Ergebnisse der Analyse von drei Bodenproben-SRM anhand des 5800 VDV ICP-OES mit ADS 2. Alle Elemente wurden innerhalb des erwarteten Bereichs gemäß dem HNO<sub>3</sub>-Mikrowellenextraktionsverfahren nach EPA 3051A gemessen. Böden enthalten typischerweise Elemente über einen weiten Konzentrationsbereich, wobei Metalle wie Al, Ca, Fe, K, Mg und Na oft in hohen Konzentrationen vorhanden sind.

Daher war eine Verdünnung der SRM-Proben erforderlich, um sicherzustellen, dass für alle Analyten Ergebnisse innerhalb des Kalibrierungsbereichs berichtet werden konnten. Diese Verdünnungen wurden automatisch unter Verwendung der reaktiven Verdünnungsfunktion des ADS 2 durchgeführt, und die ICP Expert-Software stellte automatisch eine einzelne Zusammenfassung der Ergebnisse für jede Probe zusammen.

**Tabelle 6.** Ergebnisse für drei Bodenproben-SRM, die mit dem Agilent 5800 VDV ICP-OES mit ADS 2 gemessen wurden. Alle Einheiten: mg/kg.

Element	Verwendete Verdünnung	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Unterer Grenzwert	Oberer Grenzwert	Gemessen	Unterer Grenzwert	Oberer Grenzwert	Gemessen	Unterer Grenzwert	Oberer Grenzwert	Gemessen
Al	10	13 000	17 000	16 262	8200	12 000	9441	9800	15 000	14 075
Ca	10	12 000	14 000	13 748	1700	2000	1855	14 000	17 000	16 028
Fe	10	22 000	26 000	25 923	30 000	36 000	34 262	14 000	18 000	15 464
K	10	2600	4000	3023	3800	4700	4189	3300	4600	4174
Mg	10	9700	11 000	10 932	3200	3600	3427	5000	6600	6292
Na	10	460	610	527	550	650	582	140	210	145
Ag	1	0,14	4,1	0,6	31	39	3,8	4	6,1	5,5
As	1	6,4	10,0	10,0	1300	1600	1577	81	110	102
B	1			30,0			3,5			7,2
Ba	1	350	400	384	490	540	515	170	220	185
Be	1	0,5	0,72	0,7	0,24	0,51	0,5	0,73	1,10	1,05
Cd	1	0,33	0,66	0,33	9,6	12	12,0	43	56	53
Ce	1			30,1			23,1			42,1
Co	1	8,2	13	10,2	2,8	5,2	3,0	5,5	9	7,0
Cr	1	46	67	55,7	9,2	11	9,2	12	18	13,8
Cu	1	24	28	28	3100	3500	3242	120	160	130
Hg	1	0,79	0,92	0,8	9,3	12	9,9	6,3	8,3	7,7
Li	1			28,2			9,3			11,3
Mn	1	380	450	450	1500	1800	1578	450	580	504
Mo	1			1,1			7,5			1,1
Ni	1	59	71	70,5	4,8	6	5,1	13	18	15,0
P	1			567			915			715
Pb	1	8,1	11	10,0	4700	5800	5259	1100	1400	1294
Sb	1	1,2	1,5	1,2	5	12	6,2	2,8	7,2	3,1
Se	1	0,69	1,9	0,8	1,5	2,6	2,1	1,4	1,9	1,8
Sn	1			0,8			7,6			2,6
Sr	1			98,8			53,9			36,7
Ti	1			147			622			174
Tl	1	0,74	1,6	0,8	1,3	3,6	3,2	0,71	3,1	2,8
V	1	43	71	53,5	35	43	36,2	24	34	27,5
Zn	1	69	87	84,9	3300	4400	3882	310	380	361
Zr	1			5,6			8,1			8,1

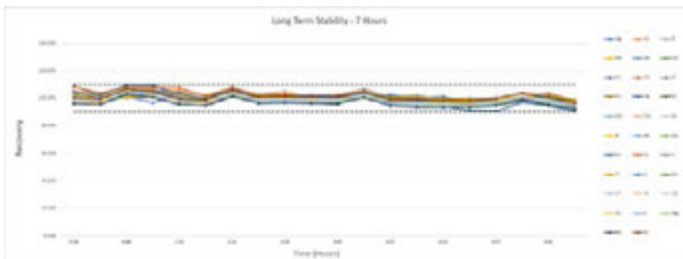
Die in Tabelle 6 angegebenen Ergebnisse wurden ohne Zugabe von HCl ermittelt, das oft zu Proben hinzugefügt wird, um für Elemente wie Ag, Sb und Hg im Spurenbereich die Stabilität in Lösung sicherzustellen. Wiederfindungsraten wurden innerhalb des erwarteten Bereichs für Ag in zwei der SRM und für Sb und Hg in allen drei SRM bestimmt. Um die Genauigkeit der Messung für alle Spurenelemente ohne Zugabe von HCl zu bestimmen, wurden 0,4 ml einer versetzten Lösung zu 10 ml jedes SRM-Aufschlusses zugegeben, was in der Spike-Zugabe resultierte, die in der Spalte „Versetzte Konzentration“ in Tabelle 7 angegeben ist. Die Spike-Wiederfindungsergebnisse für alle Elemente einschließlich Ag, Sb und Hg lagen innerhalb der in EPA 6010D angegebenen Akzeptanzkriterien von  $\pm 25\%$ . Die gemessenen und erwarteten Werte für die versetzten Proben sind in mg/l in Lösung angegeben.

**Tabelle 7.** Spike-Wiederfindungsergebnisse für Spurenelemente, die den Boden-SRM-Aufschlüssen zugegeben wurden. Alle Einheiten: mg/l.

Element	Versetzte Konzentration	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Gemessen	Erwartet	Wiederfindung %	Gemessen	Erwartet	Wiederfindung %	Gemessen	Erwartet	Wiederfindung %
Ag	0,96	1,04	0,97	107	1,05	1,02	103	1,11	1,04	107
As	0,96	1,09	1,11	99	23,58	23,76	81	2,45	2,43	102
B	0,10	0,53	0,53	103	0,14	0,15	98	0,21	0,20	106
Be	0,10	0,11	0,11	102	0,10	0,10	99	0,11	0,11	103
Cd	0,10	0,10	0,10	98	0,27	0,27	98	0,87	0,86	116
Ce	0,96	1,39	1,39	99	1,27	1,29	98	1,57	1,57	100
Co	0,10	0,23	0,24	92	0,13	0,14	93	0,19	0,20	97
Cr	0,96	1,76	1,76	100	1,08	1,09	98	1,18	1,16	102
Cu	0,96	1,33	1,36	97	47,69	47,85	84	2,85	2,83	101
Hg	0,10	0,11	0,11	103	0,23	0,24	96	0,21	0,21	106
Li	0,96	1,37	1,37	100	1,07	1,10	97	1,15	1,13	102
Mo	0,10	0,11	0,11	102	0,20	0,20	100	0,12	0,11	104
Ni	0,10	1,10	1,11	93	0,17	0,17	96	0,31	0,31	101
P	0,96	9,06	9,13	93	14,10	14,20	90	11,39	11,30	110
Sb	0,10	0,11	0,11	97	0,20	0,19	109	0,14	0,14	101
Se	0,10	0,11	0,11	98	0,11	0,13	84	0,14	0,12	118
Sn	0,10	0,11	0,11	99	0,20	0,21	96	0,14	0,13	102
Ti	0,96	3,19	3,09	111	10,07	9,96	111	3,59	3,47	112
Tl	0,10	0,10	0,11	96	0,14	0,14	94	0,13	0,14	89
V	0,96	1,76	1,73	103	1,49	1,48	101	1,41	1,36	106
Zr	0,10	0,17	0,18	96	0,21	0,21	93	0,21	0,21	99
Sr	0,10	1,52	1,52	99	0,87	0,88	96	0,64	0,63	118

## Langzeitstabilität

Abbildung 3 zeigt das Niveau der Verdünnungsgenauigkeit, das sich mit dem ADS 2 für die Zubereitung von QK-Lösungen erreichen lässt. Um die Stabilität des 5800 VDV ICP-OES und die Konsistenz von wiederholten automatisierten Verdünnungen durch das ADS 2 im zeitlichen Verlauf zu bestimmen, wurden 258 Lösungen über sieben Stunden analysiert. Die Lösungen bestanden aus einer aufgeschlossenen Bodenprobe und der CCV-Lösung, die durch 10-fache Verdünnung einer Stammlösung für jede Messung mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2 zubereitet wurde. Die CCV wurde jeweils nach 10 Proben gemessen. Um die Stabilität des 5800 VDV ICP-OES und die Konsistenz der Verdünnungen durch das ADS 2 über einen Langzeit-Lauf zu bestimmen, wurde die Wiederfindung der CCV-Lösung im zeitlichen Verlauf dargestellt. Alle Ergebnisse für die CCV lagen innerhalb von  $\pm 10\%$  der erwarteten Werte, und die relative Standardabweichung betrug für alle Elemente  $< 2\%$ .



**Abbildung 3.** Langzeit-Stabilitätstest, der die Analyse der Wiederfindung der CCV-Lösung über sieben Stunden zeigt. Die gestrichelten Linien zeigen die  $\pm 10\%$ -Kontrollgrenzen.

## Probendurchsatz

Tabelle 8 zeigt die mit dieser Methode bei mehreren Verdünnungsfaktoren mit dem ADS 2 erreichte Zeit von Probe zu Probe. Die Zeiten wurden durch Mittelwertbildung der Zeiten von Probe zu Probe über 10 zweifache Messungen von Proben bei jedem Verdünnungsfaktor ermittelt. Alle Zeitangaben beinhalten die 60 s Gesamtmesszeit wie in Tabelle 1 angegeben.

**Tabelle 8.** Zeiten von Probe zu Probe, die mit dem ADS 2 bei mehreren verschiedenen Verdünnungsfaktoren erreicht wurden.

Verdünnungsfaktor	Gesamt-Probenzeit
1 (Unverdünnt)	1 min 30 s
10	1 min 56 s
100	1 min 58 s
200	2 min 1 s

Die in dieser Applikation erzielte Zeit von Probe zu Probe für unverdünnte Proben beträgt lediglich zwei Sekunden mehr als die Zeit, die in einer vorherigen Analyse von Abfallproben durch das 5800 ICP-OES mit AVS 7 gemäß der US EPA-Methode 6010D erreicht wurde.<sup>4</sup> In der vorherigen Studie wurde kein automatisches Verdünnungssystem verwendet. Die Zeitangaben belegen die minimalen Auswirkungen des ADS 2 auf den Probendurchsatz, wenn keine Verdünnung von Proben erforderlich ist.

## Zusammenfassung

Das Agilent 5800 VDV ICP-OES ist das ideale Gerät für Labore, die eine ausgezeichnete Ergebnisgenauigkeit und einen hohen Probendurchsatz unter Einhaltung der US EPA 6010D-Methodik anstreben. Die Integration des automatischen Verdünnungssystems ADS 2 von Agilent mit dem 5800 ICP-OES und AVS 7 Schaltventil steigert die Effizienz des Arbeitsablaufs, insbesondere für die Analyse komplexer Proben wie Böden. Die Vorteile des Agilent ICP-OES-Systems für die Automatisierung von Arbeitsabläufen bei der Analyse von Umweltproben umfassen:

- Die automatische Kalibrierung, die automatisierte Kalibrierungen in Echtzeit für mehrere Konzentrationen anhand von einzelnen anfänglichen Stammlösungen durchführt. Mit dem ADS 2 lassen sich bis zu 400-fache Verdünnungen vornehmen, was automatische Kalibrierungen über einen weiten Konzentrationsbereich ermöglicht. Das System erzeugt außerdem außergewöhnlich wiederholbare Verdünnungen über längere Zeiträume, die eine konsistente Kalibrierung von Tag zu Tag sicherstellen.
- Die vorgegebene automatisierte Verdünnung, die es einem Analytiker ermöglicht, vor der Messung einen Verdünnungsfaktor für eine Probe festzulegen und das ADS 2 diese Verdünnung automatisch als Teil des Arbeitsablaufs durchführen zu lassen. Im Vergleich zu traditionelleren manuellen Verdünnungen, die in zahlreichen Laboren durchgeführt werden, ermöglicht die vorgegebene automatisierte Verdünnung erhebliche Zeiteinsparungen und reduziert gleichzeitig das Risiko von menschlichen Fehlern und Kontamination.
- Die Funktion für die reaktive automatisierte Verdünnung weist das ADS 2 an, Proben automatisch zu verdünnen, wenn das Ergebnis eines Analyten oder internen Standards außerhalb der vom Benutzer festgelegten akzeptablen Bereiche liegt. Diese intelligente Funktion für die automatisierte Verdünnung reduziert den Bedarf an erneuten Analysen von Proben zum Ende eines Laufs deutlich, was die Bearbeitungszeiten verkürzt und die Gesamtkosten pro Probe reduziert.
- Die Funktion für die Ergebniszusammenfassung der Agilent ICP Expert-Software spart weitere Zeit, indem die Ergebnisse über mehrere Verdünnungen einer Probe hinweg automatisch in einer einzelnen, einfach zu interpretierenden Zeile auf der Analyseseite zusammengefasst werden.

Das 5800 ICP-OES mit ADS 2 lieferte MDL unter 1 mg/kg für die meisten Elemente in der Probe, was die Empfindlichkeit der Methode für die Multielementanalyse von Böden belegt. Die Wiederfindung von Elementen in den Boden-SRM innerhalb des erwarteten Bereichs bestätigte die Eignung der Probenvorbereitungsmethode. Für Spurenelemente, mit denen die Boden-SRM versetzt wurden, ergab sich eine Wiederfindung innerhalb von  $\pm 20\%$ , was die Genauigkeit der Methode belegt. Das 5800 VDV ICP-OES zeigte eine ausgezeichnete Stabilität über sieben Stunden, mit Wiederfindungsraten innerhalb von  $\pm 10\%$  und durchschnittlichen prozentualen relativen Standardabweichungen unter 2 % für QK-Messungen.

## Referenzen

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Publikation von Agilent, [5994-7211EN](#)
2. EPA Method 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, Revision 5, July 2018, aufgerufen im Januar 2024, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry>
3. EPA Method 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, Revision 1, February 2007, aufgerufen im Januar 2024, <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/3051a.pdf>
4. Riles, P., Analysis of Waste Samples According to US EPA Method 6010D, Publikation von Agilent, [5994-2027EN](#)

Hinweis: Einen Leitfaden zu Verbrauchsmaterialien für die Analyse von Abfallproben mittels ICP-OES finden Sie [hier](#).

## Agilent Bestellnummern

Beschreibung	Bestellnummer
Easy Fit 1,8 mm teilweise zerlegbare Fackel für VDV/SVDV ICP-OES der Serie 5000	G8010-60236
Twister-Zerstäuberkammer (Double-Pass) aus Glas, mit Kugelschliffsockel und UniFit-Abfluss, für Agilent ICP-OES der Serie 5000	G8010-60256
SeaSpray konzentrischer Glaszerstäuber für ICP-OES der Serie 5000	G8010-60255
Schläuche für peristaltische Pumpen, weiß/weiß, 12 St.	3710034400
Schläuche für peristaltische Pumpen, schwarz/schwarz, 12 St.	3710027200

Schläuche für peristaltische Pumpen, blau/blau, 12 St.	3710034600
Agilent Multielement-Standard zur Qualitätskontrolle 27	5190-9418
Spritze, 5 ml, ADS Verdünnungsmodul (für ICP-OES- und ICP-MS-Träger)	5299-0037
Spritze, 10 ml, ADS Verdünnungsmodul (für ICP-OES- und ICP-MS-Verdünnungsmittel)	5299-0038
Probenschleife ADS/AVS 1,50 ml, 1,00 mm ID 1 St.	5005-0425
Verdünnungsmittel-/Trägerflaschen-Kit für ADS 2 und automatischen Probengeber (6 l, hochdichtes Polyethylen)	5005-0435
Aluminium (Al)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8353
Antimon (Sb)-Standard, 10 000 µg/ml, in 1 % HNO <sub>3</sub> , 1 % Weinsäure, 500 ml	5190-8355
Arsen (As)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8357
Barium (Ba)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8359
Beryllium (Be)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8361
Bor (B)-Standard, 10 000 µg/ml, in 1 % NH <sub>4</sub> OH, 500 ml	5190-8365
Cadmium (Cd)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8367
Calcium (Ca)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8369
Cer (Ce)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8371
Chrom (Cr)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8375
Kobalt (Co)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8377
Kupfer (Cu)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8379
Blei (Pb)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8407
Lithium (Li)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8409
Magnesium (Mg)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8413
Mangan (Mn)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8415
Quecksilber (Hg)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8417
Nickel (Ni)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8423
Phosphor (P)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8429
Kalium (K)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8433
Selen (Se)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8449
Silber (Ag)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8453
Natrium (Na)-Standard, für ICP-OES und MP-AES, 10 000 µg/ml, 500 ml	5190-8206
Strontium (Sr)-Standard, für ICP-OES und MP-AES, 10 000 µg/ml, 500 ml	5190-8208
Titan (Ti)-Standard, 10 000 µg/ml, in H <sub>2</sub> O, 500 ml	5190-8225
Vanadium (V)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8229
Zink (Zn)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 500 ml	5190-8235
Eisen (Fe)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 100 ml	5190-8402
Molybdän (Mo)-Standard, 10 000 µg/ml, in 1 % NH <sub>4</sub> OH, 100 ml	5190-8418
Thallium (Tl)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 100 ml	5190-8217
Zinn (Sn)-Standard, 10 000 µg/ml, in 20 % HCl, 100 ml	5190-8221
Zirkonium (Zr)-Standard, 10 000 µg/ml, in 5 % HNO <sub>3</sub> , 100 ml	5190-8236

[www.agilent.com/chem/5800icp-oes](http://www.agilent.com/chem/5800icp-oes)

DE36347297

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Gedruckt in den USA, 19. März 2024  
5994-7203DEE