

Automazione del flusso di lavoro di analisi di terreno con il sistema ICP-OES

Analisi produttiva di campioni a matrice elevata grazie al sistema ICP-OES Agilent 5800 con il sistema di diluizione avanzata



Autore

Daniel McCarthy
Agilent Technologies, Inc.

Introduzione

Per gestire i grandi carichi di campioni tipici di molti laboratori di analisi ambientali, gli utilizzatori della tecnica ICP-OES hanno bisogno di strumenti che garantiscano tempi di analisi rapidi da un campione all'altro, generando al contempo risultati di qualità costante. Agilent ha sviluppato il sistema di diluizione avanzata (ADS 2) per gli strumenti ICP-OES (e ICP-MS) Agilent. Il sistema ADS 2 è un sistema di auto-diluizione intelligente, che include un sistema avanzato a valvola (AVS). Tale sistema migliora la produttività dei flussi di lavoro ICP-OES automatizzando molte attività manuali durante l'intera sequenza delle analisi.¹

Il successo di un metodo ICP-OES dipendeva, tradizionalmente, da alcune attività manuali svolte dall'operatore. Tra queste vi erano la preparazione degli standard di calibrazione e la diluizione dei campioni come parte di una procedura generica di preparazione del campione. Inoltre, nel caso in cui le analisi iniziali dei campioni avessero dato risultati superiori all'intervallo di calibrazione e/o al range dinamico lineare, l'operatore avrebbe diluito ulteriormente i campioni. In ognuno di questi passaggi manuali potevano verificarsi contaminazioni da reagenti o errori dell'operatore, che avrebbero potenzialmente compromesso la qualità dei risultati.

L'inclusione di una valvola di commutazione come parte del sistema di introduzione del campione ICP-OES può aumentare significativamente la produttività del campione. L'ulteriore inclusione di un accessorio per l'auto-diluizione può contribuire a eliminare gli errori dell'operatore associati all'esecuzione manuale delle diluizioni. Tuttavia, molti accessori per l'auto-diluizione funzionano in modo tale da annullare parzialmente i vantaggi di una valvola di commutazione per il campione, con un conseguente impatto sulla produttività del campione quando non vengono eseguite le diluizioni. Con il sistema di auto-diluizione ADS 2, invece, gli operatori possono godere di tutti i vantaggi derivanti dall'automazione delle operazioni di preparazione degli standard di calibrazione e di diluizione dei campioni, che sono molto laboriose e soggette a errori. Tutti questi vantaggi possono essere ottenuti senza compromettere i vantaggi di produttività del campione ottenuti con la valvola di commutazione AVS 7. Quando non sono necessarie diluizioni, l'accessorio ha un impatto minimo sul tempo di analisi tra un campione e l'altro.

In questo studio è stato utilizzato un sistema ICP-OES Agilent 5800 dual view con torcia verticale (VDV) dotato di una valvola di commutazione AVS 7 e di un sistema di auto-diluizione ADS 2 (Figura 1) per analizzare campioni di terreno secondo il metodo standard EPA 6010D.² Poiché il contenuto dei campioni di terreno è altamente variabile, il metodo richiede l'utilizzo di un'ampia gamma di standard di calibrazione. La capacità del sistema ADS 2 di creare calibrazioni lineari e di diluire reattivamente i campioni fuori scala ha permesso al sistema ICP-OES 5800 con AVS 7 di ottenere dati di alta qualità e di raggiungere tempi tra campioni adatti ad applicazioni ad alta produttività.

I campioni di terreno sono stati preparati mediante digestione con acido nitrico (HNO₃) assistita da microonde secondo il metodo EPA 3051A.³ I 32 elementi riportati in questo studio includono argento, alluminio, arsenico, boro, bario, berillio, calcio, cadmio, cerio, cobalto, cromo, rame, ferro, mercurio, potassio, litio, magnesio, manganese, molibdeno, sodio, nickel, fosforo, piombo, antimonio, selenio, stagno, stronzio, titanio, tallio, vanadio, zinco e zirconio.

Condizioni sperimentali

Strumentazione

Sistema ICP-OES

Tutte le analisi sono state eseguite con il sistema ICP-OES 5800 VDV gestito dal software Agilent ICP Expert Pro. La torcia verticale del sistema ICP-OES 5800 garantisce analisi robuste per periodi prolungati per una serie di campioni, compresi i campioni di terreno altamente variabili che possono essere analizzati con il metodo EPA 6010D. Inoltre, il sofisticato rivelatore VistaChip III dello strumento fornisce una copertura continua ad alta velocità delle lunghezze d'onda, consentendo all'operatore di scegliere più lunghezze d'onda per ciascun elemento senza aggiungere un ritardo temporale all'analisi.



Figura 1. Sistema Agilent 5800 VDV ICP-OES con valvola di commutazione AVS integrata (a sinistra), sistema Agilent ADS 2 (al centro) e autocampionatore Agilent SPS 4 (a destra).

Sistema di auto-diluizione e di preparazione del campione

Per l'auto-diluizione, l'analisi rapida e l'elevata produttività dei campioni, il sistema ICP-OES 5800 VDV è stato dotato di sistema ADS 2 e di un autocampionatore Agilent SPS 4 (Figura 1).

ADS 2 è un sistema di auto-diluizione a tre valvole e doppia siringa, situato accanto allo strumento e completamente controllato dal software ICP Expert Pro*. Durante l'esecuzione di un'auto-diluizione, le siringhe erogano rapidamente il diluente e il campione in un loop in un rapporto preciso per ottenere fattori di diluizione compresi tra 2 e 400. Quando non viene eseguita un'auto-diluizione, una valvola di commutazione consente al campione di bypassare quasi completamente il sistema ADS 2. Questa progettazione assicura che i vantaggi di un rapido prelievo di campione e di un'elevata produttività siano mantenuti quando i campioni non richiedono una diluizione.

Il sistema ICP-OES 5800 è dotato di una camera di nebulizzazione ciclonica in vetro a doppio passo, di una torcia VDV smontabile Easy-fit con iniettore da 1,8 mm e di un nebulizzatore SeaSpray. Le condizioni operative dello strumento sono elencate nelle Tabelle da 1 a 3.

*Sistema ADS 2 compatibile con ICP Expert versione 7.7 o successiva

Tabella 1. Strumento Agilent 5800 VDV ICP-OES e parametri del metodo.

Parametro	Impostazione	
	Assiale	Radiale
Modalità di visualizzazione		
Tempo di lettura (s)	10	10
Cicli	3	3
Ritardo del prelievo di campione (s)	0	
Tempo di stabilizzazione (s)	10	0
Tempo di risciacquo (s)	0	
Velocità di pompaggio (rpm)	12	
Potenza RF (kW)	1,2	
Flusso aus. (L/min)	1	
Flusso del plasma (L/min)	12	
Flusso del nebulizzatore (L/min)	0,7	
Altezza della visualizzazione (mm)	NA	8
Tubo pompa per il campione	Bianco-bianco	
Tubo pompa per standard interno	Nero-nero	
Tubo pompa per scarico	Blu-blu	
Correzione del fondo	Fuori picco sinistra/destra*	

*La correzione del fondo fuori picco e la correzione inter elementare (IEC) vengono tipicamente utilizzate dagli operatori che eseguono il metodo US EPA 6010D.

Tabella 2. Parametri del sistema avanzato a valvola Agilent AVS 7.

Parametro	Impostazione
Dimensione del loop di campionamento (mL)	1,5
Flusso di pompa - Prelievo (mL/min)	40
Flusso di pompa - Iniezione (mL/min)	7
Ritardo del prelievo della valvola (s)	11
Tempo di iniezione di bolle (s)	1,4
Tempo di risciacquo preventivo (s)	2

Tabella 3. Parametri del sistema di auto-diluzione Agilent ADS 2.

Parametro	Impostazione
Dimensione del loop di diluizione (mL)	1,5
Volume della siringa per carrier (mL)	5
Volume della siringa per diluente (mL)	10

Preparazione di standard e di campioni

Standard di calibrazione

Le soluzioni stock degli standard di calibrazione e gli standard di correzione delle interferenze sono stati preparati a partire da varie soluzioni stock a singolo elemento acquistate da High-Purity Standards (Charleston, SC, USA)*. Sono state preparate quattro soluzioni stock ad alta concentrazione comprendenti diverse combinazioni di standard singolo elemento in HNO₃ al 10%.

Sono state poi preparate automaticamente in linea diluizioni multiple delle soluzioni stock degli standard di calibrazione che sono state introdotte nel sistema ICP-OES 5800 da parte del sistema ADS 2. Gli standard di calibrazione sono stati analizzati a fattori di diluizione pari a 100, 10 e 1 (non diluiti). Se l'intervallo di calibrazione deve coprire più ordini di grandezza, il sistema ADS 2 consente di utilizzare più standard di calibrazione separati contenenti elementi a diverse concentrazioni.

Materiali di riferimento e campioni

L'accuratezza del metodo è stata valutata analizzando tre materiali di riferimento standard (SRM) del NIST: 2709a San Joaquin Soil, 2710a Montana Soil I e 2711a Montana Soil II. Una soluzione di standard interno (IS), contenente 5 ppm di ittrio (Y), 5 ppm di lutezio (Lu), 5 ppm di iridio (Ir) e 100 ppm di rubidio (Rb) in HNO₃ al 10%, è stata aggiunta automaticamente in linea a tutte le soluzioni da parte del sistema AVS 7.

Preparazione dei campioni

I campioni SRM di terreno sono stati preparati per l'analisi secondo le linee guida del metodo EPA 3051A. Circa 0,75 g di ciascun campione sono stati accuratamente pesati e trasferiti in un vessel pulito in quarzo per microonde. I campioni sono stati pre-digeriti in 6 mL di acqua deionizzata (DI) 18 MΩ (Millipore) e 6 mL di HNO₃ (Merck) per circa 15 minuti. Il vessel è stato quindi chiuso con un tappo e posto in un sistema di digestione a microonde CEM Blade (CEM Corporation, NC, USA) per la digestione, utilizzando il programma riportato nella Tabella 4. Una volta raffreddate, le soluzioni sono state portate a 50 mL con acqua DI. I campioni sono stati accuratamente miscelati con un miscelatore vortex e poi centrifugati a 3000 rpm per 10 minuti.

*Sono disponibili anche standard singolo elemento Agilent.

Tabella 4. Parametri del metodo a microonde.

Parametro	Impostazione
Temperatura (°C)	115
Pressione (psi)	700
Rampa (min)	5
Mantenimento (min)	10

Auto-diluizione prescrittiva

Il sistema di auto-diluizione ADS 2 può essere utilizzato per eseguire un'ulteriore diluizione prescrittiva del campione. L'operatore specifica un fattore di diluizione nel software ICP Expert e il sistema ADS 2 esegue automaticamente la diluizione come parte del foglio di lavoro. L'auto-diluizione prescrittiva è uno strumento utile per i laboratori che tradizionalmente eseguono la diluizione manuale di alcuni o di tutti i campioni prima della misurazione. Questa pre-diluizione viene di norma eseguita per i campioni che necessitano di un passaggio di diluizione supplementare dopo la preparazione iniziale, per i campioni con elementi noti fuori scala (in particolare elementi difficili da lavare, come il boro) o per i campioni con carico di matrice eccessivamente elevato. L'auto-diluizione prescrittiva può essere utilizzata anche per preparare le soluzioni di controllo qualità (QC), quali le soluzioni di verifica della calibrazione iniziale e continua (ICV, CCV) e le soluzioni di QC a basso livello (LL) a un fattore di diluizione noto partendo da una soluzione stock già pronta. L'automazione della preparazione delle soluzioni QC elimina un'altra potenziale fonte di errore e consente all'utilizzatore di eseguire l'analisi dei dati con la certezza della corretta preparazione delle soluzioni. In questo studio è stato utilizzato il sistema ADS 2 per preparare le soluzioni QC.

Auto-diluizione reattiva e riepilogo dei risultati

Il sistema ADS 2 esegue la diluizione automatica di tutti i campioni che superano i parametri QC. Se un campione supera i limiti di concentrazione definiti dall'utilizzatore, il software ICP Expert calcola il fattore di diluizione appropriato necessario per riportare gli analiti fuori scala all'interno dell'intervallo di calibrazione. Il campione in questione viene quindi analizzato di nuovo dopo l'auto-diluizione.

Gli utilizzatori del sistema ADS 2 hanno un elevato grado di controllo su quali risultati attivano l'auto-diluizione reattiva. Gli utilizzatori possono facilmente attivare o disattivare l'auto-diluizione reattiva per i loro metodi sulla base della lunghezza d'onda e applicare tali impostazioni a tutti i campioni nel loro foglio di lavoro. È anche possibile definire con precisione quali lunghezze d'onda devono attivare l'auto-diluizione per diversi lotti di campioni all'interno di un foglio di lavoro o per ogni campione. Questa opzione può consentire un notevole risparmio di tempo in situazioni in cui non è necessario ottenere risultati in scala per tutti gli analiti in tutti i campioni.

Gli utilizzatori hanno inoltre un certo grado di controllo su quali fattori di diluizione saranno generati dal software quando si verifica una calibrazione fuori scala. Con il software ICP Expert, gli operatori possono scegliere di diluire in modo reattivo per portare le concentrazioni fuori scala fino alla porzione media o bassa dell'intervallo di calibrazione dell'analita. Questa opzione consente alle diluizioni di fornire il massimo risultato di accuratezza misurando la concentrazione diluita in un punto in cui la calibrazione è nota essere lineare.

Quando per un campione sono state ottenuti più set di risultati tramite nuove analisi di più diluizioni, il software ICP Expert è in grado di fornire all'utente un unico risultato "riassuntivo". Il risultato riassuntivo è costituito solo dai risultati degli analiti accettabili (secondo i parametri QC definiti dall'utilizzatore) di ciascuna diluizione. Non è richiesta alcuna interazione da parte dell'operatore, né per la diluizione né per la creazione del riepilogo dei risultati, il che consente un notevole risparmio di lavoro e un miglioramento dei tassi di accettazione dei risultati dei campioni.

Risultati e discussione

Limite di rivelabilità dello strumento e del metodo

I limiti di rivelabilità dello strumento (IDL) sono stati determinati utilizzando le condizioni operative del sistema ICP-OES 5800 VDV indicate nella Tabella 1. Una volta determinati gli IDL, è stata preparata una soluzione arricchita a una concentrazione da 300 a 500 volte l'IDL in HNO₃ al 10% (la stessa matrice utilizzata per le soluzioni di calibrazione). Questa soluzione è stata quindi diluita per l'analisi a una concentrazione da tre a cinque volte l'IDL utilizzando il sistema di auto-diluizione ADS 2. Per determinare il limite di rivelabilità del metodo (MDL), la soluzione è stata analizzata 10 volte nell'arco di tre giorni. L'MDL è stato calcolato come tre sigma della misura con arricchimento (Tabella 5).

Tabella 5. MDL in soluzione e nel campione sulla base di 0,75 g di campione in 50 mL.

Elemento	Lunghezza d'onda (nm)	MDL nella soluzione (mg/L)	MDL nel campione (mg/kg)	Elemento	Lunghezza d'onda (nm)	MDL nella soluzione (mg/L)	MDL nel campione (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				

Auto-calibrazione e linearità

La Figura 2 mostra curve di calibrazione rappresentative per un elemento principale (Al) e uno in tracce (As). Tutte le calibrazioni hanno mantenuto un coefficiente di correlazione minimo $\geq 0,9998$. Ciascuna calibrazione per tutti gli elementi è stata creata dal sistema ADS 2 diluendo automaticamente singoli standard stock a fattori di diluizione 100x, 10x e 1x. L'inclusione di un bianco ha fornito una calibrazione a quattro punti per ciascun elemento in un ampio intervallo di concentrazione.

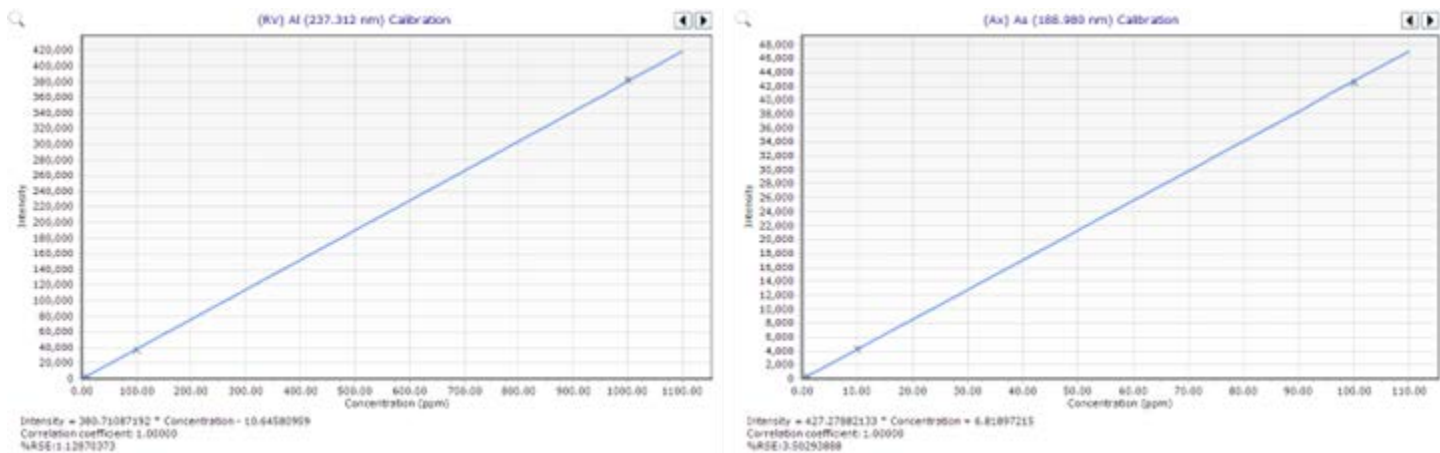


Figura 2. Curve di calibrazione rappresentative per Al e As contenenti un bianco, standard a 1, 10 e 100 ppm. I punti di calibrazione sono stati generati attraverso la diluizione di standard stock singolo elemento utilizzando il sistema di auto-diluizione Agilent ADS 2.

Test di recupero di SRM e di arricchimento della matrice (MS)

La Tabella 6 delinea i risultati dell'analisi di tre SRM di terreno utilizzando il sistema ICP-OES 5800 VDV con ADS 2. Tutti gli elementi sono stati misurati entro l'intervallo previsto seguendo la procedura EPA 3051A di estrazione a microonde con HNO₃. I terreni contengono di norma elementi in un ampio intervallo di concentrazione, con metalli come Al, Ca, Fe, K, Mg e Na spesso presenti a livelli elevati.

La diluizione dei campioni degli SRM è stata quindi necessaria per garantire che potessero essere ottenuti risultati in scala per tutti gli analiti. Queste diluizioni sono state effettuate automaticamente utilizzando la funzionalità di diluizione reattiva del sistema ADS 2 e il software ICP Expert ha ottenuto automaticamente un singolo riepilogo dei risultati per ciascun campione.

Tabella 6. Risultati per tre SRM di terreno misurati con il sistema ICP-OES Agilent 5800 VDV con ADS 2. Tutte le unità: mg/kg.

Elemento	Diluizione utilizzata	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Limite inferiore	Limite superiore	Misurato	Limite inferiore	Limite superiore	Misurato	Limite inferiore	Limite superiore	Misurato
Al	10	13000	17000	16262	8200	12000	9441	9800	15000	14075
Ca	10	12000	14000	13748	1700	2000	1855	14000	17000	16028
Fe	10	22000	26000	25923	30000	36000	34262	14000	18000	15464
K	10	2600	4000	3023	3800	4700	4189	3300	4600	4174
Mg	10	9700	11000	10932	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	21	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

I risultati riportati nella Tabella 6 sono stati ottenuti senza l'aggiunta di HCl, che spesso viene aggiunto ai campioni per garantire la stabilità dei livelli di tracce di elementi quali Ag, Sb e Hg in soluzione. I recuperi sono stati ottenuti entro l'intervallo previsto per Ag in due degli SRM e per Sb e Hg in tutti e tre gli SRM. Per determinare l'accuratezza della misurazione di tutti gli elementi in tracce senza l'aggiunta di HCl, 0,4 mL di una soluzione arricchita sono stati aggiunti a 10 mL di ciascun digerito di SRM, ottenendo l'aggiunta di arricchimento mostrata nella colonna "Concentrazione arricchita" della Tabella 7. I risultati del recupero dell'arricchimento per tutti gli elementi, compresi Ag, Sb e Hg, rientravano nei criteri di accettazione del $\pm 25\%$ specificati nel metodo EPA 6010D. I valori misurati e attesi per i campioni arricchiti sono mostrati in mg/L in soluzione.

Tabella 7. Risultati di recupero dell'arricchimento per gli elementi in traccia aggiunti ai digeriti di SRM di terreno. Tutte le unità: mg/L.

Elemento	Concentrazione arricchita	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Misurato	Atteso	Recupero %	Misurato	Atteso	Recupero %	Misurato	Atteso	Recupero %
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

Stabilità a lungo termine

La Figura 3 mostra il livello di accuratezza della diluizione ottenibile utilizzando il sistema ADS 2 per preparare le soluzioni QC. Per determinare la stabilità del sistema ICP-OES 5800 VDV e la costanza delle auto-diluizioni ripetute dal sistema ADS 2 nel tempo, sono state analizzate 258 soluzioni nell'arco di sette ore. Le soluzioni erano costituite da un campione di terreno digerito e dalla soluzione per CCV, creata attraverso una diluizione a 10x da uno stock per ogni analisi utilizzando il sistema di auto-diluizione ADS 2. La CCV è stata misurata ogni 10 campioni. Per dimostrare la stabilità del sistema ICP-OES 5800 e la costanza del sistema ADS 2 per un periodo prolungato, il recupero della soluzione per CCV è stato tracciato in un grafico rispetto al tempo. Tutti i risultati per la CCV rientravano nel $\pm 10\%$ dei valori attesi e la RSD era $< 2\%$ per tutti gli elementi.

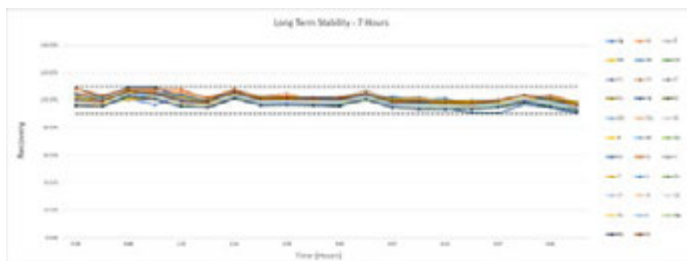


Figura 3. Test di stabilità a lungo termine che mostra il recupero della soluzione per CCV analizzata nel corso di sette ore. Le linee tratteggiate mostrano i limiti di controllo del $\pm 10\%$.

Produttività dei campioni

La Tabella 8 mostra i tempi da un campione all'altro ottenuti con questo metodo a diversi fattori di diluizione utilizzando il sistema ADS 2. Le tempistiche sono state ottenute calcolando la media dei tempi da un campione all'altro su 10 analisi duplicate di campioni a ciascun fattore di diluizione. Tutte le tempistiche includono i 60 s di tempo di analisi totale, come delineato nella Tabella 1.

Tabella 8. Tempi da un campione all'altro ottenuti con il sistema ADS 2 a diversi fattori di diluizione.

Fattore di diluizione	Tempo totale del campione
1 (non diluito)	1 min 30 s
10	1 min 56 s
100	1 min 58 s
200	2 min 1 s

Il tempo da campione non diluito a campione ottenuto in questa applicazione aggiunge solo due secondi alle tempistiche ottenute in uno studio precedente sull'analisi di campioni ambientali mediante sistema ICP-OES 5800 con AVS 7 secondo il metodo US EPA 6010D.⁴ Nello studio precedente non è stato utilizzato alcun sistema di auto-diluizione. Le tempistiche evidenziano l'impatto minimo che il sistema ADS 2 ha sulla produttività dei campioni quando non è richiesta alcuna diluizione del campione.

Conclusione

Il sistema ICP-OES Agilent 5800 VDV è lo strumento ideale per i laboratori che desiderano ottenere un'eccellente accuratezza dei risultati e un'elevata produttività dei campioni, rispettando al contempo i requisiti della metodologia US EPA 6010D. L'integrazione del sistema di auto-diluizione Agilent ADS 2 con il sistema ICP-OES 5800 e la valvola di commutazione AVS 7 migliora l'efficienza del flusso di lavoro, soprattutto per l'analisi di campioni complessi, come il terreno. I vantaggi del sistema di automazione del flusso di lavoro ICP-OES Agilent per l'analisi di campioni ambientali includono:

- Auto-calibrazione che esegue la creazione automatica e in tempo reale di calibrazioni multilivello da singole soluzioni stock iniziali. Con il sistema ADS 2 è possibile ottenere diluizioni fino a un fattore pari a 400, consentendo di effettuare auto-calibrazioni che coprono un ampio intervallo di concentrazioni. Il sistema genera inoltre diluizioni eccezionalmente ripetibili per lunghi periodi di tempo, garantendo una calibrazione giornaliera costante.
- La funzione di auto-diluizione prescrittiva consente all'operatore di specificare un fattore di diluizione per la pre-misurazione di un campione in modo tale che il sistema ADS 2 esegua automaticamente tale diluizione come parte di un foglio di lavoro. Rispetto alle tradizionali diluizioni manuali eseguite in molti laboratori, l'auto-diluizione prescrittiva consente un notevole risparmio di tempo e riduce il rischio di errore umano e quello di contaminazione.
- La funzione di auto-diluizione reattiva richiede al sistema ADS 2 di diluire automaticamente i campioni se il risultato di un analita o di uno standard interno è al di fuori degli intervalli accettabili definiti dall'utilizzatore. Questa funzione di auto-diluizione intelligente riduce in modo significativo la necessità di rianalizzare i campioni al termine di una corsa e migliora pertanto i tempi di risoluzione riducendo il costo complessivo per campione.
- La funzionalità di riepilogo dei risultati del software Agilent ICP Expert consente di risparmiare ulteriore tempo, riunendo automaticamente i risultati ottenuti da più diluizioni di un campione in un'unica riga di facile interpretazione nella pagina di analisi.

Il sistema ICP-OES 5800 con ADS 2 ha fornito MDL inferiori a 1 mg/kg per la maggior parte degli elementi presenti nel campione, evidenziando la sensibilità del metodo per l'analisi multi elemento di terreni. I recuperi degli elementi negli SRM di terreno all'interno dell'intervallo previsto hanno confermato l'idoneità del metodo di preparazione dei campioni. Gli analiti in tracce con cui sono stati arricchiti gli SRM di terreno sono stati recuperati entro l'intervallo $\pm 20\%$, dimostrando l'accuratezza del metodo. Il sistema ICP-OES 5800 VDV ha mostrato un'eccellente stabilità nell'arco di sette ore, con recuperi di misure QC nell'intervallo $\pm 10\%$ e %RSD medie inferiori al 2%.

Bibliografia

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, pubblicazione Agilent, [5994-7211EN](#)
2. Metodo EPA 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, revisione 5, luglio 2018, ultimo accesso gennaio 2024, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry>
3. Metodo EPA 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, revisione 1, febbraio 2007, ultimo accesso gennaio 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, pubblicazione Agilent, [5994-2027EN](#)

Nota: È [disponibile](#) una guida alle parti di consumo per l'analisi di campioni ambientali con il sistema ICP-OES.

Codici Agilent

Descrizione	Codice prodotto
Torcia semi-smontabile da 1,8 mm Easy-fit per sistema ICP-OES serie 5000 VDV/SVDV	G8010-60236
Camera di nebulizzazione a doppio passo, struttura ciclonica in vetro con attacco a giunto sferico e uscita dello scarico UniFit, per sistema ICP-OES Agilent serie 5000	G8010-60256
Nebulizzatore in vetro concentrico SeaSpray per sistema ICP-OES serie 5000	G8010-60255
Tubo della pompa peristaltica, bianco/bianco, 12/conf.	3710034400
Tubo della pompa peristaltica, nero/nero, 12/conf.	3710027200

Tubo della pompa peristaltica, blu/blu, 12/conf.	3710034600
Agilent standard per il controllo della qualità a più elementi 27	5190-9418
Siringa, 5 mL, per diluatore ADS (per carrier dei sistemi ICP-OES e ICP-MS)	5299-0037
Siringa, 10 mL, per diluatore ADS (per diluente del sistema ICP-OES)	5299-0038
Loop di campionamento ADS/AVS 1,50 mL, d.i. 1,00 mm, 1/conf.	5005-0425
Kit di flaconi per diluente/carrier per sistema ADS 2 e autocampionatore (6 L HDPE)	5005-0435
Soluzione standard di alluminio (Al), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8353
Soluzione standard di antimonio (Sb), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 1%, acido tartarico 1%, 500 mL	5190-8355
Soluzione standard di arsenico (As), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8357
Soluzione standard di bario (Ba), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8359
Soluzione standard di berillio (Be), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8361
Soluzione standard di boro (B), 10.000 µg/mL, in NH ₄ OH 1%, 500 mL	5190-8365
Soluzione standard di cadmio (Cd), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8367
Soluzione standard di calcio (Ca), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8369
Soluzione standard di cerio (Ce), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8371
Soluzione standard di cromo (Cr), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8375
Soluzione standard di cobalto (Co), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8377
Soluzione standard di rame (Cu), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8379
Soluzione standard di piombo (Pb), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8407
Soluzione standard di litio (Li), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8409
Soluzione standard di magnesio (Mg), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8413
Soluzione standard di manganese (Mn), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8415
Soluzione standard di mercurio (Hg), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8417
Soluzione standard di nickel (Ni), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8423
Soluzione standard di fosforo (P), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8429
Soluzione standard di potassio (K), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8433
Soluzione standard di selenio (Se), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8449
Soluzione standard di argento (Ag), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8453
Soluzione standard di sodio (Na), per ICP-OES e MP-AES, 10.000 µg/mL 500 mL	5190-8206
Soluzione standard di stronzio (Sr), per ICP-OES e MP-AES, 10.000 µg/mL 500 mL	5190-8208
Soluzione standard di titanio (Ti), 10.000 µg/mL, in H ₂ O, 500 mL	5190-8225
Soluzione standard di vanadio (V), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8229
Soluzione standard di zinco (Zn), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 500 mL	5190-8235
Soluzione standard di ferro (Fe), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 100 mL	5190-8402
Soluzione standard di molibdeno (Mo), 10.000 µg/mL, in NH ₄ OH 1%, 100 mL	5190-8418
Soluzione standard di tallio (Tl), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 100 mL	5190-8217
Soluzione standard di stagno (Sn), 10.000 µg/mL, in HCl 20%, 100 mL	5190-8221
Soluzione standard di zirconio (Zr), 10.000 µg/mL, in HNO ₃ 5%, 100 mL	5190-8236

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE36347297

Le informazioni fornite sono soggette a modifica senza preavviso.