

Produktive Analyse von Proben mit hohem Matrixanteil mit dem ICP-MS mit Advanced Dilution System

Automatische Verdünnung von Sediment- und Bodenproben mit dem Agilent ADS 2 vor der Analyse durch das Agilent 7850 ICP-MS



Autor

Peter Riles
Agilent Technologies, Inc.

Einleitung

Die Analyse von Proben mit hohem Matrixanteil wie Böden und Sedimente mittels ICP-MS kann eine Herausforderung und zeitaufwendig sein, insbesondere für Labore mit einem hohen Probenaufkommen. Die Fähigkeit für Multielementmessungen der ICP-MS bedeutet, dass Analytiker zahlreiche Elemente in einer Probe quantifizieren können. Die Bestimmung einer großen Anzahl unterschiedlicher Elemente erfordert jedoch in der Regel, dass der Analytiker mehrere geeignete Kalibrierungsstandards für diese Elemente zubereitet. Auch in Anbetracht der Komplexität und des hohen Feststoffgehalts mancher Umweltproben kostet die Vorbereitung der Proben für die Analyse den Analytiker viel Zeit. Nach der Zubereitung müssen Analytiker die Proben möglicherweise weiter verdünnen, um sicherzustellen, dass alle zu messenden Elemente innerhalb des Kalibrierungsbereichs liegen. Dies erfordert weitere Zeit und Ressourcen und führt zu Unterbrechungen des analytischen Arbeitsablaufs.

Um die Arbeitslast für den Analytiker zu reduzieren, können ICP-MS- (und ICP-OES-) Geräte von Agilent mit dem neuen Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) ausgestattet werden, einem vorkonfigurierten modularen Verdünnungssystem mit zwei Spritzen, das ein Advanced Valve System für ICP-MS (AVS MS*) umfasst¹. Das ADS 2 versetzt Analytiker in die Lage, einfach drei zeitsparende Funktionen auszuführen, um die Bearbeitungszeit für Probenergebnisse zu verkürzen und die Kosten pro Analyse zu reduzieren:

- Automatische Erstellung einer Mehrpunktkalibrierung anhand von einer einzigen Stammlösung der Standards. Die Automatisierung der Zubereitung von Kalibrierungsstandards beseitigt zeitaufwendige Arbeit und minimiert das Risiko für Fehler in Verbindung mit manuellen Abläufen.
- Automatisierte Verdünnung von Proben um einen vorgegebenen Faktor, sodass keine manuelle Verdünnung erforderlich ist und das Kontaminationsrisiko minimiert wird.
- Automatische Durchführung einer intelligenten reaktiven Verdünnung für Zielanalyten, wenn Ergebnisse außerhalb des Kalibrierungsbereichs liegen oder interne Standard (ISTD)-Elemente unterdrückt oder verstärkt werden, auch im unbeaufsichtigten Betrieb.^{2,3}

Das ADS 2 ergänzt die bereits leistungsstarken Funktionalitäten der ICP-MS-Geräte von Agilent und der Agilent ICP-MS MassHunter Software für die Analyse von Proben mit hohem Matrixanteil einschließlich Bodenproben. Diese Probentypen können bei der ICP-MS Probleme wie Signal drift, Unterdrückung sowie Interferenzen durch Molekülionen und doppelt geladene Ionen (M^{2+}) verursachen. Frühere Studien haben jedoch gezeigt⁴, dass das Agilent 7850 ICP-MS diese Herausforderungen mit Hilfe verschiedener Hardware- und Softwarefunktionen meistern kann, darunter:

- Robuste Betriebsbedingungen (niedriges CeO/Ce-Verhältnis), die bei der Analyse von Bodenproben mit hohem Matrixanteil eine optimale Toleranz gegenüber der Matrix bieten, die Drift minimieren und die Häufigkeit der Routinewartung reduzieren.

- Die Ultra High Matrix Introduction (UHMI)-Technologie zur Steigerung der Gesamt toleranz gegenüber der Matrix der ICP-MS. UHMI ermöglicht die Messung von Proben mit hohem und variablem Matrixanteil ohne probenspezifische Verdünnungen oder eine Matrixanpassung der Kalibrierungsstandards.
- AVS MS – zuvor als ISIS 3 bezeichnet. Das AVS MS mit sieben Anschlüssen reduziert den Zeitaufwand für die Einbringung der Probenmatrix in das Gerät, was für hervorragende Stabilität sorgt, Fehler bei der Qualitätskontrolle (QK) minimiert und den Aufwand für die Systemwartung reduziert.
- Der Oktopol-Reaktionszellsystem (ORS⁴)-Helium-Kollisionsmodus zur Kontrolle gängiger spektraler Störungen mit dem Kinetic Energy Discrimination (KED)-Verfahren, um die Datengenauigkeit sicherzustellen.
- Die automatische M^{2+} -Korrektur zur Verbesserung der Datengenauigkeit für Elemente wie Arsen und Selen.
- Sensoren und Zähler für das System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF) sowie Leistungsprüfungen nach dem Lauf tragen zur Erhaltung der Geräteleistung bei und ermöglichen, den Analytiker bei Bedarf an Wartungsmaßnahmen zu benachrichtigen. Diese Funktionen reduzieren unnötige Wartung, vermeiden Ausfallzeiten von Geräten und steigern die Produktivität noch weiter.

Wie in Abbildung 1 gezeigt, wird das ADS 2 zwischen dem automatischen Probengeber Agilent SPS 4 und dem AVS MS des 7850 ICP-MS platziert. Das System ist mit der ICP-MS MassHunter Software, die das Gerät betreibt und steuert, vollständig integriert. Das ADS 2 verwendet zwei Spritzen und vier Ventile, um den Proben-, Verdünnungsmittel- und Trägerfluss dorthin zu leiten, wo er benötigt wird. Dieses Design gewährleistet, dass die Vorteile der schnellen Probenaufnahme und der hohe Probendurchsatz erhalten bleiben, wenn Proben keine Verdünnung erfordern.



Abbildung 1. Agilent 7850 ICP-MS mit integriertem AVS Schaltventil (rechts), automatischem Verdünnungssystem Agilent ADS 2 (Mitte) und automatischem Probengeber Agilent SPS 4 (links).

* Das AVS MS wurde ehemals als ISIS 3 bezeichnet.

In dieser Studie wurde das 7850 ICP-MS mit dem ADS 2 zur Messung von 26 Elementen in repräsentativen Umweltproben mit hohem Matrixanteil verwendet. Die Methode wurde mit Hilfe der Methodenassistenten-Funktion von ICP-MS MassHunter entwickelt. Die Genauigkeit der automatischen Verdünnung, die automatische vorgegebene Verdünnung von Proben und die Langzeitstabilität des 7850 ICP-MS mit dem ADS 2 wurden während der Analyse anhand von Lösungen mit einem zertifizierten Referenzmaterial (CRM) für ein Flusssediment, einer versetzten Lösung und Wiederholungsmessungen von aufgeschlossenen Bodenproben beurteilt.

Experimentelles

Geräte

Für die Analyse wurde ein Agilent 7850 ICP-MS mit UHMI-Standardsystem und ORS⁴-Zelle verwendet. Die automatisierte Probengeführung erfolgte mit einem automatischen Probengeber Agilent SPS 4, ADS 2 und AVS MS. Das 7850 ICP-MS war mit einem Standard-MicroMist-Zerstäuber, einer Zerstäuberkammer des Typs Scott und einer einteiligen Fackel aus Quarz mit einem Injektor mit 2,5 mm Innendurchmesser ausgestattet. Das Interface bestand aus einem vernickelten Probenkonus aus Kupfer und einem Skimmer-Konus aus Nickel. Das ADS 2 war mit einer 1,50-ml-Schleife mit 1,00 mm Innendurchmesser (ID) ausgestattet. Das ORS⁴ verwendet eine Zelle mit kleinem Volumen und eine Octopole-Ionenführung für optimale Leistung im Helium-Kollisionsmodus. Der He-Modus reduziert die Transmission aller Molekülionen durch die KED-Technik und minimiert dadurch Fehler aufgrund von üblichen, von der Matrix verursachten Molekülionen-Interferenzen. Ein erweiterter Hochenergie-He-Modus (HEHe-Modus) ist ebenfalls verfügbar, um Überlappungen von Spezies des Untergrunds mit hoher Intensität wie Ar₂ mit Se bei *m/z* 78, N₂ mit ²⁸Si und NO/NOH mit ³¹P zu vermeiden. Das 7850 ICP-MS im HEHe-Modus reduziert die Intensität der Interferenzen, ohne im ORS⁴ ein reaktives Zellgas wie O₂, H₂ oder NH₃ verwenden zu müssen. Die Vermeidung von reaktiven Zellgasen vereinfacht nicht nur den Betrieb des 7850 ICP-MS, sondern stellt sicher, dass in der Zelle keine neuen molekularen Interferenzen durch Wechselwirkungen der Analytionen mit dem Zellgas entstehen. Die ausschließliche Verwendung von He-basierten Modi verbessert somit die Datenqualität, insbesondere bei der Multielementanalyse von Proben mit komplexen Matrices. Bei dieser Analyse wurden 25 Elemente im He-Modus und Se im HEHe-Modus gemessen.

Um schnell und einfach eine analytische Methode zu erstellen, wurde der Methodenassistent der ICP-MS MassHunter Software von Agilent verwendet. Der Methodenassistent führt die Benutzer durch eine Reihe von Fragen zur Auswahl der Elemente von Analyten und internen Standards (häufig mit Hilfe von vordefinierten Listen und Bestellnummern von Agilent Lösungen). Für diese Applikation wurden die vordefinierten Einstellungen „UHMI-4“ ausgewählt, die robuste Plasmabedingungen bieten (niedriges CeO⁺/Ce⁺-Verhältnis).

Die ICP-MS MassHunter Software umfasst zusätzlich IntelliQuant, das einen vollständigen Massenspektrum-Scan einer Probe in nur zwei Sekunden Messzeit durchführen kann.⁵ Die Gewinnung von Schnellscan-Daten von unbekanntem Proben mit IntelliQuant ist eine einfache Möglichkeit für die Identifizierung und Semiquantifizierung von SEE in den Proben. Wenn in einer Probe SEE wie Nd, Sm, Gd und Dy in ausreichend hoher Konzentration vorhanden sind, können M²⁺-Interferenzen die Genauigkeit der Messung von Elementen wie As und Se beeinträchtigen. Die als Periodensystem-Heat Map in Abbildung 2 dargestellten IntelliQuant-Daten zeigen das Vorhandensein von Nd, Gd und Dy in einer Bodenprobe, sodass im Methodenassistenten „SEE²⁺-Korrektur“ ausgewählt wurde.

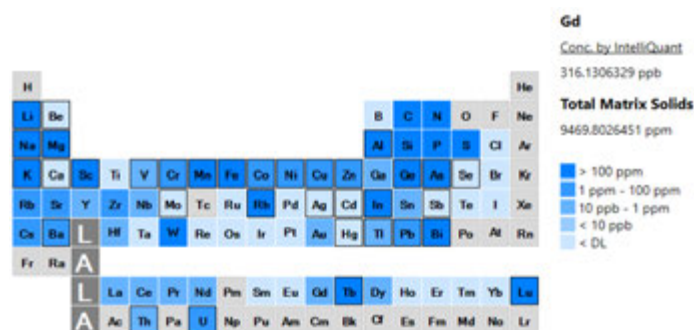


Abbildung 2. IntelliQuant-Heat Map für eine Bodenprobe.

Durch die Software routine „SEE²⁺-Korrektur“ werden alle für die Korrektur von M²⁺-Interferenzen erforderlichen Parameter eingestellt, wodurch die Konfiguration schnell und einfach erfolgt. Zu den Parametern gehören die zu messenden Massen, die Peakauflösung (Schmaler-Peak-Modus) und die Korrekturgleichungen. In dieser Methode wurde die SEE²⁺-Korrektur auf die Messung von ⁷⁵As und ⁷⁸Se angewendet, um den Beitrag von doppelt geladenen Seltenerdelement (SEE²⁺)-Ionen zu kompensieren, sowie auf ⁶⁶Zn zur Kompensation von ¹³²Ba⁺⁺.

Die Autotune-Funktion von ICP-MS MassHunter wurde verwendet, um Ionenlinsen automatisch zu optimieren. Die Autotune-Software optimiert die Messwerte von ⁷Li, ⁸⁹Y und ²⁰⁵Tl in der Tuning-Lösung.

Die Parameter in den grau unterlegten Zeilen in Tabelle 1 wurden durch die vordefinierte Methode festgelegt, die Linsenspannungen wurden durch Autotune eingestellt. Die Betriebsbedingungen des ADS 2 sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 1. Betriebsparameter des Agilent ICP-MS 7850.

	He-Modus	HEHe-Modus
Plasmamodus	UHMI-4	
Hochfrequenzleistung (W)	1600	
Trägergasfluss (l/min)	0,8	
Verdünnungsgasfluss (l/min)	0,15	
Zerstäuberkammer-Temperatur (°C)	2	
Tiefe der Probenentnahme (mm)	10	
Linseneinstellung	Autotune	
Zellgasfluss (ml/min)	4,3	10
Energiediskriminierung (V)	5	7
Anzahl der Elemente	25	Se

Die grau unterlegten Parameter wurden automatisch durch UHMI festgelegt.

Tabelle 2. Probenzuführungsparameter für das Agilent AVS und ADS 2.

Phase	Zeit (s)	AVS MS Aufnahme-pumpenge-schwindigkeit (%)	Nadelposition des automatischen Probengebers	Ventil-position
Probenbeladung	10	80	Probe	Laden
Stabilisierung	10	10	Spülanschluss	Injektion
Sondenspülung	30	10	Spülanschluss	Injektion
Sondenspülung 1	30	10	Spülanschluss	Injektion
Sondenspülung 2	0	0	Spülanschluss	Injektion
Spülung 3	0	0	Spülanschluss	Injektion
Optionale Schleifensondenspülung	0	0	Spülanschluss	Injektion
Optionale Schleifenspülung	0	0	Spülanschluss	Injektion

Das 7850 wurde mit Standard-Schläuchen für peristaltische Pumpen von Agilent ausgestattet, Weiß-weiß für Proben und Orange-blau für den internen Standard. Der interne Standard beinhaltet eine 2-mg/l-Lösung, die aus einem internen Standard-Mix von Agilent mit ⁶Li, Sc, Ge, Rh, In, Tb, Lu und Bi (100 mg/l, Bestellnummer 5188-6525) hergestellt wurde. Die Lösung wurde online ca. 15-fach in die Probe verdünnt.

Reagenzien

Alle Lösungen (Träger, Verdünnungsmittel, Spüllösung, interner Standard und Kalibrierungsstandards) wurden mit 1%iger Salpetersäure (HNO₃) zubereitet.

Automatische Zubereitung von Kalibrierungsstandards durch das ADS 2

Drei Kalibrierungsstandard-Stammlösungen wurden aus Standards von Agilent hergestellt, einschließlich Umweltanalysen-Kalibrierstandard (Bestellnummer 5183-4688) und Einzelelement-Kalibrierstandards für Al (1000 mg/l, Bestellnummer ICP-013) und Hg (10 mg/l, Bestellnummer 5190-8575). Eine Hg-Lösung mit 100 µg/l wurde anhand der Hg-Stammlösung in 1%iger HNO₃ und 18 MΩ deionisiertem (DI) Wasser (Millipore) zubereitet. Die Kalibrierungskurven wurden anhand der drei Standard-Stammlösungen durch das ADS 2 automatisch erstellt, indem diese um Faktoren von 200, 100, 50 und 10 verdünnt wurden. Die Verdünnungsparameter und der Kalibrierungsbereich jedes Elements sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Referenzmaterial

Die Kalibrierung und Genauigkeit der Methode wurde durch die Analyse von River Sediment B (High Purity Standards, USA) beurteilt – ein CRM, das zur Simulierung einer Flusssedimentprobe entwickelt wurde. Das CRM enthielt die meisten der für diese Applikation benötigten Elemente mit Ausnahme von Ag, Be, Hg und Mo. Daher wurde das CRM mit bekannten Mengen zertifizierter Einzelelementlösungen jedes dieser Elemente versetzt.

Tabelle 3. Auf die drei Stammlösungen angewendete Faktoren für die automatische Verdünnung durch das ADS 2 von Agilent, um die Kalibrierungskurven zu erstellen. Alle Einheiten: mg/l.

Stammlösung	Original-konzentration	200x	100x	50x	10x (*Al 20x)
Ag, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Th, Tl, U, V, Zn	10	0,05	0,1	0,2	1
Ca, Fe, K, Mg, Na	1000	5	10	20	100
Hg	0,1	0,0005	0,001	0,002	0,01
Al	1000	5	10	20	* 50

Ergebnisse und Diskussion

Kalibrierung

Die automatische Kalibrierung mit dem ADS 2 wurde verwendet, um Vier-Punkt-Kurven für alle in Tabelle 4 aufgeführten Elemente zu erstellen. Alle Kurven zeigen eine ausgezeichnete Linearität mit Korrelationskoeffizienten über 0,9995. Repräsentative Kalibrierungskurven für Al, Fe, Cu und As sind in Abbildung 3 dargestellt.

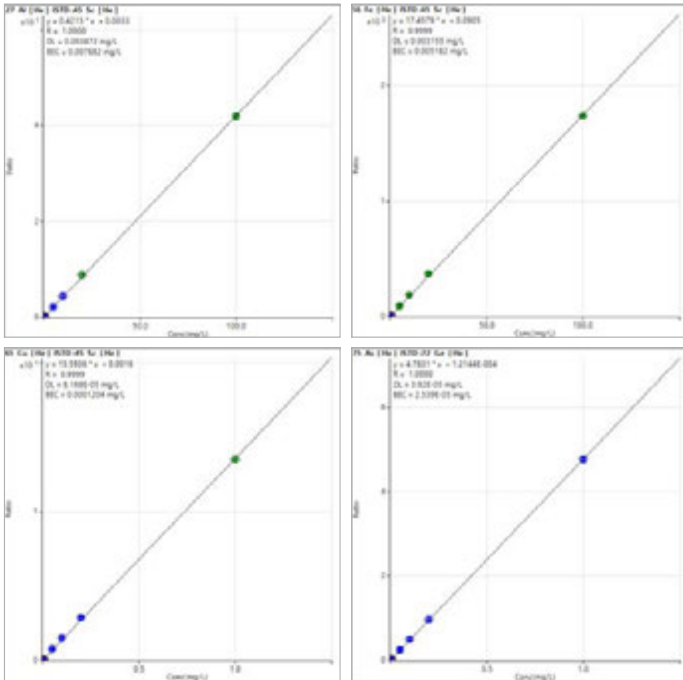


Abbildung 3. Kalibrierungskurven für Al, Fe, Cu und As anhand von Standards, die aus Stammlösungen durch das Agilent ADS 2 bei 200- bis 10-facher Verdünnung automatisch zubereitet wurden.

Nachweisgrenzen

Typische instrumentelle Nachweisgrenzen eines 7850 ICP-MS (IDLs), die anhand von ICP-MS MassHunter-Kalibrierungen berechnet wurden, sind in Tabelle 4 dargestellt. Die IDLs wurden als Drei-Sigma-Wert von 10 Messungen einer Blindprobenlösung berechnet.

Tabelle 4. Nachweisgrenzen des Agilent 7850 ICP-MS.

Element	Modus	ISTD	IDL (µg/l)
9 Be	He	⁴⁵ Sc	0,17
23 Na	He	⁴⁵ Sc	7,7
24 Mg	He	⁴⁵ Sc	1,4
27 Al	He	⁴⁵ Sc	1,3
39 %	He	⁴⁵ Sc	8,9
44 Ca	He	⁴⁵ Sc	7,1
51 V	He	⁷² Ge	0,012
52 Cr	He	⁷² Ge	0,14
55 Mn	He	⁷² Ge	0,044
56 Fe	He	⁷² Ge	0,14
59 Co	He	⁷² Ge	0,086
60 Ni	He	⁷² Ge	0,031
63 Cu	He	⁷² Ge	0,016
66 Zn	He	⁷² Ge	0,052
75 As	He	⁷² Ge	0,024
78 Se	HEHe	⁷² Ge	0,14
95 Mo	He	¹¹⁵ In	0,0031
107 Ag	He	¹¹⁵ In	0,070
111 Cd	He	¹¹⁵ In	0,0074
121 Sb	He	¹¹⁵ In	0,0076
137 Ba	He	¹¹⁵ In	0,0097
202 Hg	He	²⁰⁹ Bi	0,052
205 Tl	He	²⁰⁹ Bi	0,15
Pb*	He	²⁰⁹ Bi	0,052
232 Th	He	²⁰⁹ Bi	0,0028
238 U	He	²⁰⁹ Bi	0,0022

* Die Daten für Pb basieren auf der Summe der Isotopen 206, 207 und 208.

Spike-Wiederfindungsraten

Um den typischen Elementgehalt eines Bodens darzustellen, wurde eine Probe durch Versetzen einer 1%igen HNO_3 -Lösung mit bekannten Mengen der Analyten zubereitet. Diese versetzte Lösung mit einer für Bodenanalysen geeigneten Konzentration wurde mit Hilfe der Funktion für die vorgegebene Verdünnung des ADS 2 während der Analyse 10-fach verdünnt. Tabelle 5 zeigt die erwarteten und gemessenen Konzentrationen der Spikes und die Wiederfindungsraten für alle Analyten. Die Wiederfindungsraten lagen für die meisten Elemente innerhalb von $100 \pm 10\%$ und für alle Elemente innerhalb von $100 \pm 15\%$ der erwarteten Werte. Diese Beurteilung anhand der 7850 ICP-MS-Methode mit einem relativ hohen, aber einfachen synthetischen Standard bestätigte die Kalibrierung.

Tabelle 5. Spike-Wiederfindungsergebnisse für eine versetzte Lösung, die mit dem Agilent ADS 2 automatisch verdünnt wurde. Die Daten wurden um die Verdünnung nach einer vorgegebenen 10-fachen Verdünnung durch das ADS 2 korrigiert.

Element	Erwartete Konzentration (mg/l)	Durchschnittliche gemessene Konz. (mg/l) (n = 10)	Wiederfindung (%)
9 Be	0,01	0,00981	98
23 Na	100	105	105
24 Mg	100	105	105
27 Al	500	517	103
39 %	150	159	106
44 Ca	250	253	101
51 V	0,5	0,502	100
52 Cr	7,5	7,71	103
55 Mn	7,5	7,57	101
56 Fe	400	399	100
59 Co	0,2	0,201	101
60 Ni	1	1,04	104
63 Cu	2,5	2,67	107
66 Zn	5	5,25	105
75 As	0,5	0,521	104
78 Se	0,1	0,103	103
95 Mo	1	1,04	104
107 Ag	0,05	0,0543	109
111 Cd	0,05	0,0555	111
121 Sb	0,2	0,205	103
137 Ba	2	2,08	104
202 Hg	0,004	0,00391	98
205 Tl	0,1	0,0967	97
Pb*	5	5,02	100
232 Th	0,05	0,0526	105
238 U	0,05	0,0515	103

* Die Daten für Pb basieren auf der Summe der Isotopen 206, 207 und 208.

Vorgegebene Verdünnung von Proben mit dem ADS 2

Um die Funktion für die vorgegebene Verdünnung des ADS 2 und die Genauigkeit der Methode zu bewerten, wurde das automatische Verdünnungssystem für die Durchführung einer 25-fachen Verdünnung des CRMs River Sediment B vor der Analyse verwendet. Die Ergebnisse für die zertifizierten Elemente und zusätzlichen versetzten Elemente (Be, Mo, Ag und Hg) sind in Tabelle 6 aufgeführt. Alle Elemente wurden innerhalb von $100 \pm 15\%$ der erwarteten Konzentration gemessen, was die Eignung des ADS 2 für die automatische Verdünnung einer Flusssedimentprobe mit hohem Matrixanteil belegt.

Tabelle 6. Vom Agilent 7850 ICP-MS gemessene Konzentrationen und Wiederfindungsraten von zertifizierten Elementen im Flusssediment-CRM (n = 3). Die Daten wurden um die Verdünnung nach einer vorgegebenen 25-fachen Verdünnung durch das Agilent ADS 2 korrigiert.

Element	River Sediment B		
	Erwartete Konzentration (mg/l)	Durchschnittliche gemessene Konz. (mg/l) (n = 10)	Wiederfindung (%)
9 Be	** 0,1	0,094	94
23 Na	50	53,6	107
24 Mg	120	131	109
27 Al	600	625	104
39 %	200	205	104
44 Ca	300	308	103
51 V	1	1,01	101
52 Cr	15	15,9	106
55 Mn	6	6,25	104
56 Fe	400	429	107
59 Co	0,15	0,152	101
60 Ni	0,5	0,534	107
63 Cu	1	1,1	110
66 Zn	5	5,36	107
75 As	0,2	0,211	105
78 Se	0,01	0,0104	104
95 Mo	** 1	1,03	103
107 Ag	** 0,05	0,054	108
111 Cd	0,03	0,0326	109
121 Sb	0,04	0,042	105
137 Ba	4	4,12	103
202 Hg	** 0,06	0,0596	99
205 Tl	0,01	0,00952	95
Pb*	2	2,04	102
232 Th	0,1	0,092	92
238 U	0,03	0,0266	89

* Die Daten für Pb basieren auf der Summe der Isotopen 206, 207 und 208.

** Da für Be, Mo, Ag und Hg keine zertifizierten Werte vorliegen, wurde das CRM manuell mit den Elementen in einer relevanten Konzentration versetzt.

Langzeitstabilität

Das 7850 ICP-MS analysierte 144 aufgeschlossene Bodenproben über einen Zeitraum von 7,6 Stunden, wobei nach jeweils 10 Proben eine QK-Lösung zugeführt wurde. Die QK-Lösung wurde in 1%iger HNO₃ anhand unterschiedlicher Chargen der drei Lösungen zubereitet, die zur Herstellung der Kalibrierungsstandards verwendet wurden. Die Konzentrationen der Elemente waren wie folgt: Al, Ca, Fe, K, Mg, Na bei 50 mg/l, andere Elemente bei 0,5 mg/l, außer Hg bei 0,003 mg/l.

Die aufgeschlossenen Bodenproben und die QK-Lösung wurden durch das ADS 2 automatisch 15 bzw. 5 Mal verdünnt, um sie in einen geeigneten Bereich für die ICP-MS-Kalibrierung zu bringen. Abbildung 4 zeigt das Stabilitätsdiagramm für den internen Standard und Abbildung 5 zeigt das Stabilitätsdiagramm der QK-Lösung über die erweiterte Charge hinweg.

Die Stabilitätsdaten belegen die Robustheit und Stabilität der ICP-MS-Methode und bestätigen die Fähigkeit des ADS 2, genaue und wiederholbare Verdünnungen durchzuführen. Für alle Elemente wurde eine relative Standardabweichung (RSD) unter 3,5 % über 7,6 h berichtet, mit Ausnahme von Hg, für das eine RSD von 5,4 % berichtet wurde. Diese Abweichung kann der niedrigen Konzentration (0,6 µg/l) an Hg in der Lösung zugerechnet werden.

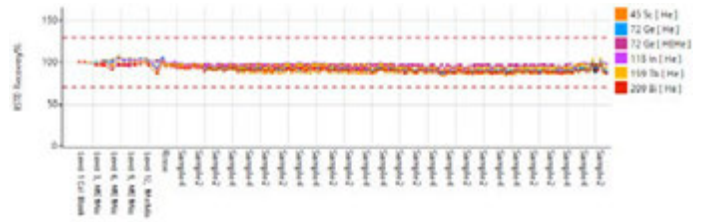


Abbildung 4. ISTD-Stabilität während der Analyse von 144 Bodenaufschlüssen, die durch das ADS 2 von Agilent 15-fach verdünnt wurden. Die Wiederfindungsraten der internen Standards wurden für alle Proben auf die Kalibrierungsblindprobe normalisiert. Die roten gestrichelten Linien zeigen die $\pm 25\%$ -Kontrollgrenzen.

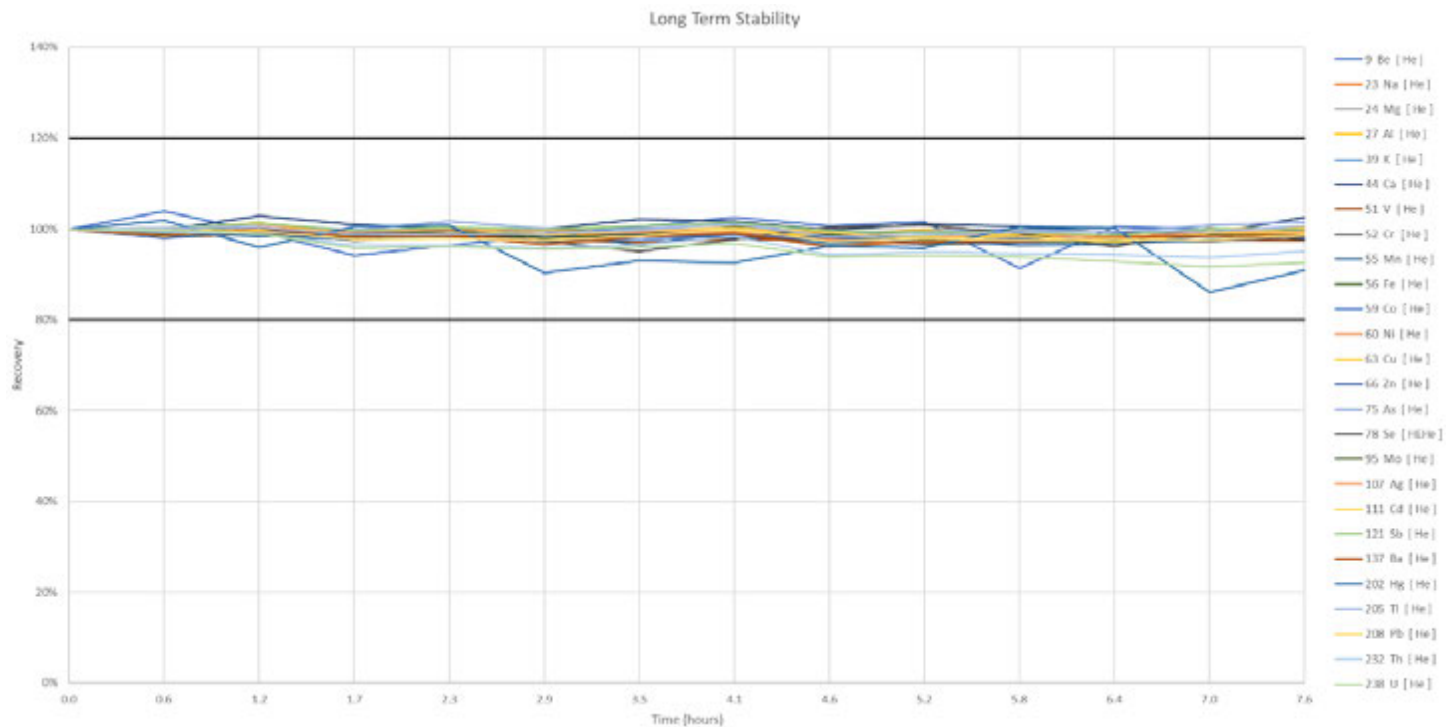


Abbildung 5. Wiederfindungsraten der 5-fach verdünnten QK-Lösung, die während der Analyse von 144 Bodenaufschlüssen über 7,6 Stunden gemessen wurden. Die durchgehenden Linien zeigen die $\pm 20\%$ -Kontrollgrenzen.

Zusammenfassung

Die Studie hat gezeigt, dass das Agilent Advanced Dilution System (ADS) 2 das Agilent 7850 ICP-MS mittels einer Reihe von Online-Verdünnungen von Kalibrierungsstamm Lösungen automatisch kalibrieren kann. Das ADS 2 führte außerdem zeitaufwendige vorgegebene Verdünnungen von Proben mit hohem Matrixanteil durch, um sicherzustellen, dass die Konzentrationen aller Elemente im Kalibrierungsbereich lagen.

Die Genauigkeit der Funktionen für die automatische Verdünnung des ADS 2 wurden über einen weiten Bereich beurteilt, unter anderem mit automatischer Erstellung von Kalibrierungspunkten zwischen 200- und 10-facher sowie Probenmessungen zwischen 25- und 5-facher Verdünnung. Diese Bandbreite belegt die Flexibilität des ADS 2 bei der Beschleunigung wichtiger Aufgaben und Reduzierung des Bedarfs an arbeitsintensiven manuellen Verdünnungen. Wenn Proben nach der Verdünnung oberhalb des linearen Kalibrierungsbereichs liegen, verdünnt das ADS 2 die Proben automatisch mit Hilfe der reaktiven Verdünnungsmethode.

Das 7850 ICP-MS mit UHMI-Technologie arbeitet mit einem robusten Plasma (niedriges CeO⁺/Ce⁺-Verhältnis). Dies stellt sicher, dass das Gerät zuverlässig Proben mit hohem Matrixanteil analysieren und Wiederholungsmessungen aufgrund von Drift reduzieren kann. Die ausgezeichneten Ergebnisse für die ISTD- und QK-Stabilität belegen die Eignung der Methode für die Routineanalyse von Böden über einen 7,6-stündigen Langzeit-Lauf ohne jegliche Empfindlichkeitsverluste.

Daten aus IntelliQuant wurden verwendet, um in der quantitativen Methode nicht enthaltene Elemente zu beurteilen, wie z. B. SEE. Agilent ICP-MS MassHunter wendete automatisierte Korrekturen für Interferenzen durch doppelt geladene SEE-Ionen an, die die Messung von As und Se beeinträchtigen. Diese automatisierte Routine spart im Vergleich zur manuellen Korrektur von Interferenzen durch doppelt geladene Ionen Zeit.

Referenzen

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Publikation von Agilent, [5994-7211EN](#)
2. Yamashita, R., Automated Analysis of Low-to-High Matrix Environmental Samples Using a Single ICP-MS Method, Publikation von Agilent, [5994-7114EN](#)
3. Zou, A.; Yamanaka, M., Intelligent Analysis of Wastewaters using an Agilent ICP-MS with Integrated Autodilutor, Publikation von Agilent, [5994-7113EN](#)
4. Kubota, T., Routine Analysis of Soils using ICP-MS and Discrete Sampling, Publikation von Agilent, [5994-2933EN](#)
5. Agilent IntelliQuant for ICP-MS, Publikation von Agilent, [5994-2796EN](#)

Liste der Verbrauchsmaterialien

Produkttyp	Agilent Bestellnummer	Beschreibung
Probenschleife für ADS 2/AVS MS	5005-0425	1,50 ml, 1,00 mm ID, 1 St.
Flaschen-Kits	5005-0435	Flaschen-Kit mit 6 l Verdünnungsmittel/Träger mit 6-l-Behälter, GL45 StaySafe Verschlusskappe, Fittings und Belüftungsventil
	5005-0436	PFA-Flaschen-Kit mit 2 l Verdünnungsmittel für ICP-MS, mit 2-l-PFA-Flasche, GL45 StaySafe Verschlusskappe, Fittings und Belüftungsventil
	5005-0437	Abfallbehälter-Kit mit 10-l-Abfallbehälter, S60 StaySafe Verschlusskappe, Fittings und Säuredampffilter
AVS MS Schlauchkit	G8411-68202	AVS MS vorkonfiguriertes Kit
ADS 2 Schlauchkits	5005-0106	ADS 2 Schlauchkit, Konfiguration mit Ventil C, 2 St.
	5005-0107	ADS 2 Schlauchkit, Ventil C – AVS MS Pumpe, 1 St.
	5005-0182	ADS 2 Schlauchkit, Ventil C – AVS MS Ventil, 1 St.
	5005-0102	ADS 2 Schlauchkit, Konfiguration mit Ventil B, 4 St.
	5005-0103	ADS 2 Schlauchkit, Ventil A – Ventil C, 1 St.
	5005-0105	ADS 2 Schlauchkit, Träger/Verdünnungsmittel, 2 St.
	G8457-68004	ADS 2 Schlauchkit, Ventil A – AVS MS Ventil, 1 St.

www.agilent.com/chem/7850icp-ms

DE92698454

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Veröffentlicht in den USA, 2. April 2024
5994-7232DEE