

Intelligente Analyse von Abwasser anhand eines Agilent ICP-MS mit integriertem automatischem Verdünnungssystem

Verbesserte Produktivität von Routine-Umweltproben mit einem Agilent 7900 ICP-MS mit Advanced Dilution System



Autoren

Aimei Zou, Michiko Yamanaka
Agilent Technologies, Inc.

Einleitung

Die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) ist eine vielseitige Technik für die Multielementanalytik, die aufgrund ihrer hohen Empfindlichkeit und Selektivität in zahlreichen Anwendungen zum Einsatz kommt. Viele Umwelt-, Lebensmittel-, Pharmazie- und Materialprüfungslabore, die Methoden mit hohem Durchsatz benötigen, haben von der Robustheit, Zuverlässigkeit und hohen Leistung der ICP-MS-Geräte von Agilent profitiert. Da Labore anstreben, Ineffizienzen in ihren Arbeitsabläufen zu verringern und die Belastung ihrer Mitarbeiter zu reduzieren, zeigt sich eine Tendenz zur Automatisierung manueller Aufgaben, um die Gesamtproduktivität zu verbessern.

Dank der hohen Empfindlichkeit sind die Konzentrationen an Elementen in ICP-MS-Standardlösungen normalerweise gering, sodass viele Labore täglich frische Standards zubereiten. Die Zubereitung von Standards mit geringen Konzentrationen ist ein arbeitsintensiver Prozess, da hohe Sorgfalt erforderlich ist, um menschliche Fehler und die Kontamination der Standards zu vermeiden. Bei der Messung von Umweltproben wie Abwasser, Böden und Sedimenten überschreitet zudem die Konzentration an Zielementen manchmal unerwartet den Kalibrierungsbereich. In diesen Situationen muss der Analytiker die Proben manuell verdünnen, um sie in den Kalibrierungsbereich zu bringen, was zusätzlichen Arbeitsaufwand nach sich zieht.

Um Labore dabei zu unterstützen, die Probenbearbeitungszeit zu verkürzen und die Kosten pro Analyse zu senken, hat Agilent speziell für ICP-MS- (und ICP-OES-) Geräte von Agilent das Advanced Dilution System ADS 2 entwickelt.¹ Labore können das automatische Verdünnungssystem ADS 2 für die folgenden wichtigen Aufgaben nutzen:

- Automatische Erstellung einer Mehrpunktkalibrierung anhand einer einzigen Stammlösung der Standards. Die Automatisierung der Zubereitung von Kalibrierungsstandards beseitigt monotone manuelle Arbeit, reduziert menschliche Fehler und minimiert das Risiko von Kontamination durch manuelle Abläufe.
- Automatisierte Verdünnung von Proben um einen bekannten (vorgegebenen) Faktor, sodass keine manuelle Verdünnung erforderlich ist.
- Automatische Durchführung einer intelligenten reaktiven Verdünnung für Zielanalyten, wenn Ergebnisse außerhalb des Kalibrierungsbereichs liegen, auch im unbeaufsichtigten Betrieb über Nacht, was die Produktivität steigert.

Diese Funktionen reduzieren die Arbeitslast für den Analytiker, während für die ICP-MS gleichzeitig sichergestellt wird, dass die automatisierte Verdünnungsmethode eine gute Genauigkeit und Präzision der quantitativen Messung von Zielementen in einer Probe erzielt. Das ADS 2 ist insbesondere für Labore von Nutzen, die Routineanalysen größerer Anzahlen unterschiedlicher Proben durchführen, bei denen die Konzentrationen der Analyten signifikant variieren können.

Agilent ICP-MS-Geräte setzen dank ihrer Toleranz gegenüber hohen Salzlasten und fortschrittlicher Kollisions-/ Reaktionszellen (CRC)-Technologie den Leistungsmaßstab für die Routineanalyse von Umweltproben. Die Kollisions-/ Reaktionszelle des Oktopol-Reaktionszellensystems (ORS⁴) der vierten Generation beseitigt Interferenzen durch Molekülionen, die bei zahlreichen der regulierten Spurenelemente in Umweltproben wie Cr, As, Se und Cd auftreten können. Das ORS⁴ bietet optimierte Betriebsbedingungen für den Helium (He)-Kollisionsmodus, was die Unterdrückung zahlreicher Interferenzen durch Diskriminierung der kinetischen Energie (Kinetic Energy Discrimination, KED) ermöglicht, die auch als He-KED bezeichnet wird.

In dieser Studie wurden Abwasserproben als repräsentativer Probentyp ausgewählt, der gängigerweise von Laboren analysiert wird, die routinemäßig Umweltproben testen. Das Agilent 7900 ICP-MS mit dem ADS 2 wurde zur Bestimmung von 31 Elementen in Abwasser verwendet.

Experimentelles

Proben und Standards

Zwei zertifizierte Abwasser-Referenzmaterialien (CRM), ERM CA713 (IRMM, Belgien) und CWW-TM-C (High Purity Standards, USA), wurden zur Prüfung der Genauigkeit der Methode verwendet. Zudem wurde ein Matrix-Spike-Wiederfindungstest von realen Abwasserproben durchgeführt. Die Abwasserproben wurden von einer örtlichen Behörde bereitgestellt. Für die Abwasserproben war vor der Analyse bis auf die Filtration zur Entfernung ungelöster Feststoffe keine Vorbehandlung erforderlich.

Anhand von Agilent Multielement- und Einzelement-Kalibrierstandards wurde eine gemischte Stammlösung für die automatisierte Kalibrierung mit dem ADS 2 zubereitet. Die Konzentrationen der einzelnen Elemente in der gemischten Stammlösung sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1. Agilent Standards, Bestellnummern und Analytkonzentration in der gemischten Stammlösung.

Element	Standard	Konzentration in der gemischten Stammlösung (ppm)
Na, Mg, K, Ca, Fe	Multielement-Kalibrierstandard (Bestellnummer: 5183-4688)	20
Be, Al, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Sr, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Pb, Th, U	Multielement-Kalibrierstandard (Bestellnummer: 5183-4688)	0,2
B	Bestellnummer: 5190-8254	0,2
Sr	Bestellnummer: 5190-8581	0,2
Ti	Bestellnummer: 5190-8545	0,2
Sn	Bestellnummer: 5190-8543	0,2
Te	Bestellnummer: 5190-8533	0,2
Hg	Bestellnummer: 5190-8575	0,01

Es wurde eine Agilent Mischung interner Standards (ISTD) (Bestellnummer: 5183-4681) mit jeweils 10 ppm ⁶Li, Sc, Ge, Y, In, Tb und Bi verwendet. Eine 100-ppb-Arbeitslösung wurde durch 100-fache manuelle Verdünnung zubereitet und online über das integrierte Advanced Valve System für ICP-MS-Geräte (AVS MS)* und eine peristaltische Pumpe dem 7900 ICP-MS zugeführt. Durch Verwendung von Narrow-Bore-Schläuchen wurde eine etwa 15-fache Verdünnung der ISTD-Arbeitslösung erhalten, was zur Minimierung der Probenverdünnung beitrug.

Eine Lösung 2%iger HNO_3 (v/v) mit 0,5%iger HCl (v/v) wurde zur Zubereitung der gemischten Stammlösung, des Verdünnungsmittels, des Trägers und der ISTD-Stammlösung verwendet. HCl wurde hinzugefügt, um die Stabilität von Ag, Sb, Sn, Te und Hg in Lösung sicherzustellen. 3%ige HNO_3 mit 0,5%iger HCl wurde als Spüllösung verwendet, um das System zwischen der Analyse verschiedener Lösungen sorgfältig zu spülen.

Die in Tabelle 1 aufgeführten 31 Elemente wurden vom ADS 2 anhand der Standard-Stammlösung mit Verdünnungsfaktoren von 200x, 100x, 40x, 20x, 10x, 4x und 2x automatisch kalibriert.

Geräte

Alle Analysen wurden mit einem 7900 ICP-MS durchgeführt, das mit dem Standard-Probenaufgabesystem, bestehend aus einem konzentrischen Glaszerstäuber, einer Quarz-Zerstäuberkammer und einer Fackel (mit Injektordurchmesser von 2,5 mm) ausgestattet war. Das Gerät war mit einem vernickelten Probenkonus aus Kupfer und einem Skimmer-Konus aus Nickel ausgestattet. Tabelle 1 zeigt die in dieser Studie verwendeten Geräte.

Durch Auswahl der allgemeinen Plasmakonditionierung in der Agilent ICP-MS MassHunter Software wurden die in Tabelle 2 grau unterlegten Parameter automatisch eingestellt. Die Ionenlinsenspannungen wurden ebenfalls automatisch optimiert, um die Empfindlichkeit zu maximieren. Die Betriebsbedingungen des 7900 ICP-MS und die Probenzuführungsparameter für das ADS 2 sind in Tabelle 2 und 3 dargestellt.



Abbildung 1. Darstellung des Agilent 7900 ICP-MS mit integriertem AVS MS Schaltventil, verbunden mit dem Agilent ADS 2 und dem automatischen Probengeber Agilent SPS 4.

Tabelle 2. Betriebsbedingungen des Agilent 7900 ICP-MS.

Parameter	Kein Gas	He
Plasmamodus	Allgemeine Verwendung	
Hochfrequenzleistung (W)	1550	
Tiefe der Probenentnahme (mm)	10	
Zerstäubergasflussrate (l/min)	1,20	
Linseneinstellung	Autotune	
Zellgasflussrate (ml/min)	0	5
Energiediskriminierung (V)	5	

Tabelle 3. Probenzuführungsparameter für das Agilent ADS 2.

	Zeit (s)	AVS MS Aufnahme-pumpenge-schwindigkeit (%)	Nadelposition des automatischen Probengebers	Ventilposition
Probenbeladung	20	25	Probe	Laden
Stabilisierung	10	5	Spülanschluß	Injektion
Sondenspülung	15	5	Spülanschluß	Injektion
Sondenspülung 1	5	35	Spülanschluß	Injektion
Sondenspülung 2	20	0	Spülanschluß	Injektion
Spülung 3	1	0	Ausgangsposition	Injektion
Optionale Schleifensondenspülung	10	50	Spülanschluß	Laden
Optionale Schleifenspülung	1	5	Spülanschluß	Injektion

Das 7900 ICP-MS mit ADS 2 bietet wertvolle Vorteile für Routinelabors, darunter:

- Automatische Erstellung von Kalibrierungen auf mehreren Niveaus anhand von einer oder mehreren Standard-Stammlösungen bis zu einem Verdünnungsfaktor von 400x. Die Zubereitung und Analyse von Kalibrierungsstandards kann vollautomatisch innerhalb von 20 Minuten durchgeführt werden, was die Effizienz im Labor steigert.
- Intelligente reaktive automatisierte Verdünnung von Proben, wenn Zielanalyten bei Konzentrationen oberhalb des Kalibrierungsbereichs gemessen werden. Die verdünnte Probe wird automatisch zur Echtzeit-Probenliste hinzugefügt und Online-Analysendaten der verdünnten Probe werden entsprechend erzeugt.
- Ergebnisbasierte reaktive automatisierte Verdünnung von Proben mit Analyten, die aufgrund von Matrices mit Elementen in verschiedenen Konzentrationen unterschiedliche Verdünnungsfaktoren erfordern.

Ergebnisse und Diskussion

Automatische Zubereitung von Kalibrierungsstandards durch das ADS 2

Die Kalibrierungsleistung des automatischen Verdünnungssystems ADS 2 wurde im Hinblick auf die Linearität, Genauigkeit und die instrumentellen Nachweisgrenzen (IDL) beurteilt. Abbildung 2 zeigt repräsentative Kalibrierungskurven, die vom 7900 ICP-MS mit ADS 2 automatisch erstellt wurden. Die Kurven decken Elemente im niedrigen bis oberen Massenbereich ab: Be, As, Cd und Pb. Für alle Analyten wurde über den Kalibrierungsbereich eine ausgezeichnete Linearität erreicht, wie die Korrelationskoeffizienten von $R \geq 0,9995$ zeigen.

Die mit dem ADS 2 erreichte Verdünnungsgenauigkeit wurde berechnet, indem die Konzentration von mit Verdünnungsfaktoren von 2 bis 200 zubereiteten Standards für alle Analyten durch die erwartete Konzentration geteilt wurde. Die Verdünnungsgenauigkeit jedes Kalibrierungsniveaus lag innerhalb von 90 bis 110 %, was die hohe Genauigkeit des ADS 2 für die automatische Zubereitung von Kalibrierungsstandards belegt.

Die IDL wurden von der ICP-MS MassHunter Software basierend auf drei Wiederholungsmessungen jedes Standards berechnet. Niedrige IDL ergaben sich für alle Analyten über den gesamten Massenbereich, z. B. 0,001 ppb für ^{52}Cr und ^{75}As , 0,0003 ppb für ^{111}Cd und 0,0009 ppb für ^{202}Hg . Die IDL für die niedrigen Konzentrationen zeigen die Präzision der Probenzuführung des mit dem automatischen Probengeber SPS 4 gekoppelten ADS 2. Die IDL zeigen auch, dass die Empfindlichkeit des 7900 ICP-MS durch das automatische Verdünnungssystem ADS 2 nicht beeinträchtigt wird.

Die Effizienz des ADS 2 wurde basierend auf der benötigten Zeit für die automatisierte Kalibrierung beurteilt, wobei die Gesamterstellungs- und Analysendauer von acht Kalibrierungsniveaus weniger als 20 Minuten betrug. Die Kalibrierung war vollständig automatisiert und erforderte keinen weiteren Benutzereingriff als die Zubereitung der einzigen anfänglichen Stammlösung.

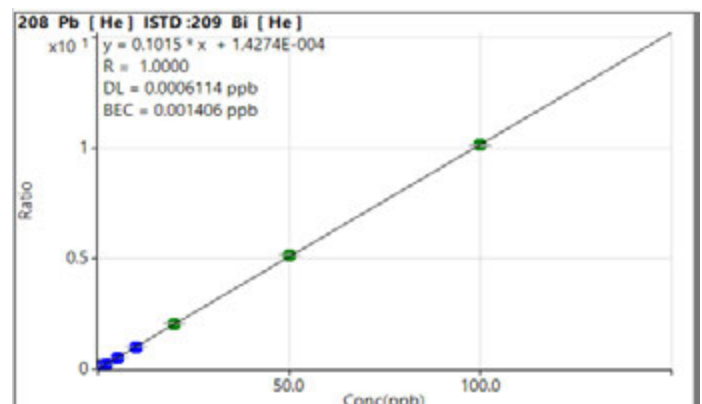
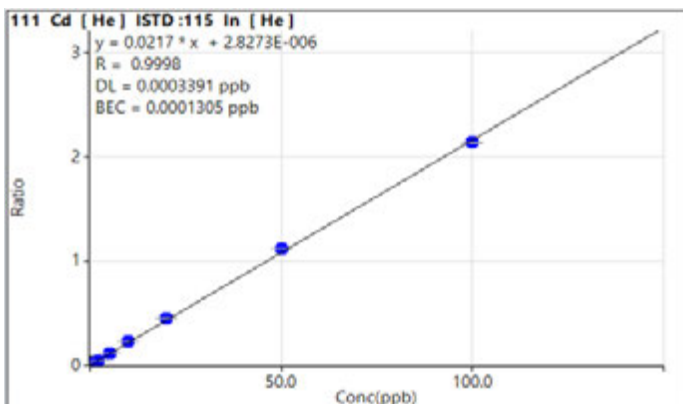
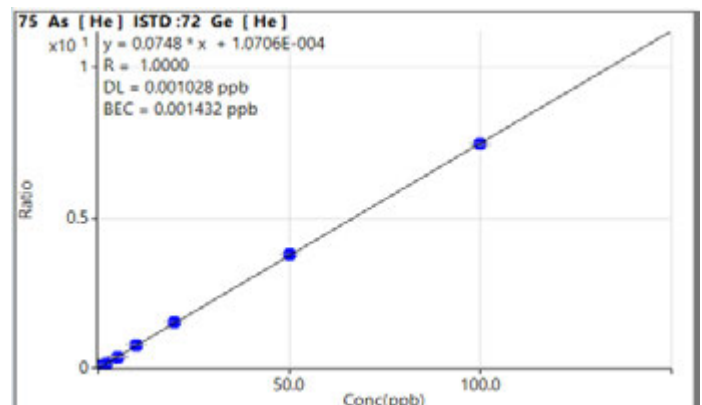
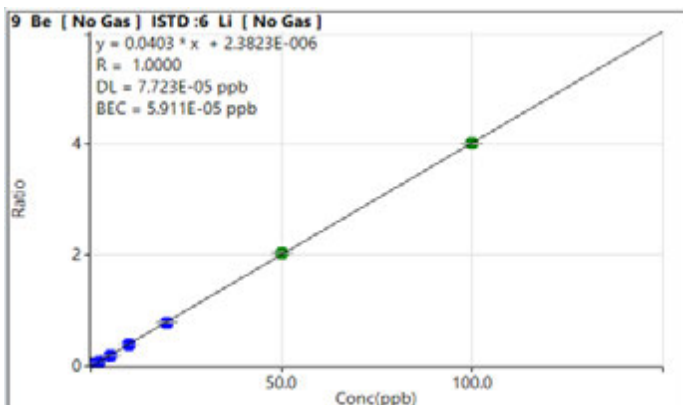


Abbildung 2. Repräsentative ICP-MS-Kalibrierungskurven für Be, As, Cd und Pb wurden vom mit dem Agilent 7900 ICP-MS gekoppelten Agilent ADS 2 automatisch anhand einer einzigen Stammlösung erstellt.

Nachweisgrenzen der Methode (MDL)

MDL für alle 31 Elemente wurden gemäß der Richtlinie in EPA-Methode 200.8 bestimmt.² Die Drei-Sigma-MDL wurden anhand der Analyse von sieben Replikat-Aliquots einer Blindprobe der Probenvorbereitung (2%ige HNO₃ mit 0,5 % HCl) berechnet, die mit Konzentrationen der 2- bis 5-fachen MDL versetzt wurden. Beryllium und Bor wurden im Modus ohne Gas gemessen, die anderen Elemente im He-Modus. Eine Zusammenfassung der MDL für alle Analyten ist in Tabelle 4 dargestellt. Niedrige MDL ergaben sich für alle Spurenelemente, was die ausgezeichnete Empfindlichkeit des 7900 ICP-MS mit dem ADS 2 und automatischem Probengeber SPS 4 unterstreicht.

Tabelle 4. Mit der Drei-Sigma-Methode berechnete Nachweisgrenzen für das Agilent 7900 ICP-MS mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2.

Analyt	Masse	Zellmodus	MDL (ppb)
Be	9	Kein Gas	0,0006
B	11	Kein Gas	0,014
Na	23	He	0,30
Mg	24	He	0,25
Al	27	He	0,095
K	39	He	0,82
Ca	44	He	1,4
Ti	47	He	0,032
V	51	He	0,004
Cr	52	He	0,004
Mn	55	He	0,003
Fe	56	He	0,063
Co	59	He	0,001
Ni	60	He	0,018
Cu	63	He	0,006
Zn	66	He	0,022
As	75	He	0,007
Se	78	He	0,11
Sr	88	He	0,005
Mo	95	He	0,002
Ag	107	He	0,002
Cd	111	He	0,002
Sn	118	He	0,006
Sb	121	He	0,003
Te	125	He	0,056
Ba	137	He	0,006
Hg	202	He	0,005
Tl	205	He	0,0006
Pb*	*	He	0,0004
Th	232	He	0,001
U	238	He	0,0003

* Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen.

Bewertung der Verdünnungsleistung anhand von CRM

Die beiden Abwasser-CRM (ERM CA713 und CWW-TM-C) wurden in dieser Studie verwendet, um die Verdünnungsleistung des ADS 2 im Hinblick auf die Genauigkeit und Wiederfindung zu beurteilen. Im Verlauf der Sequenz wurden doppelte Aliquots jedes CRM analysiert und die mittleren Konzentrationen und Wiederfindungsraten für die Analyten berechnet, wie in Tabelle 5 zusammengefasst.

Anfänglich lag die gemessene Konzentration von Cu im unverdünnten Abwasser-CRM ERM CA713 über dem Kalibrierungsbereich, sodass das ADS 2 automatisch eine 10-fache reaktive Verdünnung der Probe durchführte. Die gemessenen Konzentrationen der meisten der zertifizierten Analyten im Abwasser-CRM CA713 waren ausgezeichnet – mit Wiederfindungsraten der zertifizierten Elemente von 97 bis 103 % und innerhalb des akzeptablen (Unsicherheits-) Bereichs. Nur das für Hg gemessene Ergebnis lag leicht außerhalb des akzeptablen Konzentrationsbereichs, jedoch noch innerhalb von ± 10 %, was für eine externe Kalibrierungsmethode als akzeptabel gilt.³

Für das Abwasser-CRM CWW-TM-C wurde eine 10-fache reaktive automatisierte Verdünnung durch das ADS 2 für alle Zielanalyten ausgelöst, da die anfänglich gemessenen Konzentrationen außerhalb des Kalibrierungsbereichs lagen. Wie in Tabelle 5 gezeigt wurden für alle Zielanalyten Wiederfindungsraten zwischen 100 und 106 % erreicht, was die Genauigkeit der Verdünnungsmethode des 7900 ICP-MS mit dem ADS 2 bestätigt.

Tabelle 5. Quantitative Ergebnisse für zwei Abwasser-CRM mit dem Agilent 7900 ICP-MS mit ADS 2.

Analyt	ERM-CA713				CWW-TM-C		
	Zertifizierter Wert (ppb)	Unsicherheit (ppb)	Gemessene Konz. (ppb)	Wiederfindung (%)	Zertifizierter Wert (ppb)	Gemessene Konz. (ppb) [#]	Wiederfindung (%)
9 Be	n. z.				150	151	101
11 B	n. z.				500	504	101
27 Al	n. z.				500	518	104
51 V	n. z.				500	501	100
52 Cr	20,9	1,3	21,0	100	500	531	106
55 Mn	95	4	93	98	500	527	105
56 Fe	445	27	433	97	500	507	101
59 Co	n. z.				500	507	101
60 Ni	50,3	1,4	51,6	103	500	512	102
63 Cu	101	7	101 [#]	100	500	526	105
66 Zn	78	n. z.	77	99	500	529	106
75 As	10,8	0,3	10,5	97	150	158	105
78 Se	4,9	1,1	4,8	98	150	155	103
88 Sr	n. z.				500	502	100
95 Mo	n. z.				500	523	105
107 Ag	n. z.				150	153	102
111 Cd	5,09	0,2	5,24	103	150	152	101
121 Sb	n. z.				150	153	102
137 Ba	n. z.				500	512	102
202 Hg	1,84	0,11	1,99	108	10	9,98	100
205 Tl	n. z.				150	152	102
Pb*	49,7	1,7	51,2	103	500	519	104

n. z. = nicht zutreffend. * Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen. [#] Gemessene Konzentrationen nach 10-facher reaktiver automatisierter Verdünnung durch das ADS 2.

Bewertung der Verdünnungsleistung anhand von versetztem Abwasser

Für die Leistungsbewertung des ADS 2 wurde eine reale Abwasserprobe verwendet. Basierend auf den in der EPA-Methode 6020B dargelegten Richtlinien³ wurde ein Matrix-Spike-Wiederfindungstest durchgeführt, indem drei Wiederholmessungen von drei technischen Zubereitungen des versetzten Abwassers durchgeführt wurden. Die Spike-Konzentrationen jedes Analyten in der Abwasserprobe sind in Tabelle 6 angegeben.

Da die gemessene Konzentration an Na, K und Ca im Original-Abwasser relativ hoch war, wurde ein Spike mit hoher Konzentration verwendet. Für die Elemente mit Messwerten oberhalb des Kalibrierungsbereichs wurde vom ADS 2 automatisch eine 10-fache reaktive Verdünnung durchgeführt. Die quantitativen Ergebnisse sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

Die Genauigkeit des reaktiven Verdünnungsschritts wurde berechnet, indem die gemessene Konzentration nach 10-facher reaktiver Verdünnung des Abwassers durch die gemessene Konzentration in unverdünntem Abwasser geteilt wurde.

Wie in Tabelle 6 gezeigt, wurden für die Analyten mit relativ hohen Konzentrationen in der Abwasserprobe wie B, Na, Mg, Al, K, Ca, Mn, Fe, Zn, Sr und Ba Wiederfindungsraten von 97 bis 110 % erreicht. Zudem wurde zwischen den Abwasserproben eine Blindprobe der Probenvorbereitung gemessen, und es wurde keine Verschleppung nachgewiesen. Dieses Ergebnis zeigt, dass die Spülung nach der Analyse des ADS 2 das System effektiv gereinigt hat.

Beim Matrix-Spike-Wiederfindungstest ergaben sich für die meisten Elemente Wiederfindungsraten von 100 ± 10 %, wobei die Wiederfindungsraten für Elemente mit höheren Konzentrationen wie Na, Mg, Ca, Mn und Zn 85 bis 88 % betragen. Die Spike-Wiederfindungen für alle Analyten erfüllten die Anforderungen nach EPA 6020B von 100 ± 25 %, was die Eignung der automatischen Verdünnungsmethode bestätigt. Die Präzision (prozentuale relative Standardabweichungen, %RSD) der Wiederfindungen betrug ≤ 4 %, was die ausgezeichnete Reproduzierbarkeit, Stabilität und Zuverlässigkeit des 7900 ICP-MS mit ADS 2 belegt.

Tabelle 6. Quantitative Ergebnisse für eine mit dem Agilent 7900 ICP-MS mit ADS 2 gemessene reale Abwasserprobe.

Analyt	Reale Abwasserprobe					
	Gemessene Konz. ohne Verdünnung (ppb)	Gemessene Konz. mit 10-facher reaktiver Verdünnung (ppb)	Genauigkeit der reaktiven Verdünnung (%)	Spike-Konzentration (ppb)	Spike-Wiederfindung (%)	%RSD (n = 3)
9 Be	< MDL	n. z.		10	109	2,4
11 B	55,4	56,7	102	40	108	3,8
23 Na	42 900	47 000	109	50 000	86	1,3
24 Mg	1360	1490	110	1000	87	1,3
27 Al	12,6	13,1	104	10	92	1,4
39 K	14 200	15 300	108	25 000	93	1,0
44 Ca	14 600	15 200	104	25 000	85	0,4
47 Ti	0,37	n. z.		10	96	1,0
51 V	0,28	n. z.		10	93	1,0
52 Cr	0,23	n. z.		10	92	1,0
55 Mn	19,7	21,5	109	10	85	2,0
56 Fe	60,1	58,2	97	1000	93	0,5
59 Co	0,07	n. z.		10	98	0,3
60 Ni	1,21	n. z.		10	93	0,3
63 Cu	5,57	n. z.		10	94	1,0
66 Zn	23,1	22,6	98	10	88	1,5
75 As	2,27	n. z.		10	104	0,2
78 Se	0,31	n. z.		10	109	1,7
88 Sr	32,7	34,3	105	20	100	1,5
95 Mo	0,38	n. z.		10	98	0,4
107 Ag	0,03	n. z.		10	106	2,3
111 Cd	0,01	n. z.		10	104	0,5
118 Sn	0,26	n. z.		10	96	0,5
121 Sb	0,40	n. z.		10	103	0,3
125 Te	< MDL	n. z.		10	112	1,7
137 Ba	15,2	15,41	102	10	95	2,5
202 Hg	0,03	n. z.		0,5	97	0,6
205 Tl	0,01	n. z.		10	100	0,1
Pb*	0,02	n. z.		10	100	0,1
232 Th	0,01	n. z.		10	96	0,7
238 U	0,001	n. z.		10	98	0,5

* Pb wurde als Summe der drei am häufigsten auftretenden Isotopen, 206, 207 und 208, gemessen.

Langzeitstabilität

Die Langzeitstabilität des 7900 ICP-MS mit dem automatischen Verdünnungssystem ADS 2 wurde basierend auf den Wiederfindungsraten der kontinuierlichen Kalibrierungsüberprüfung (CCV) und internen Standards untersucht. Der CCV-Standard wurde vom ADS 2 zubereitet, das eine gemischte Stammlösung um den Faktor 20 verdünnte. Es handelte sich um dieselbe Stammlösung, die zur Zubereitung der Kalibrierungsstandards verwendet wurde. Der CCV-Standard enthielt 1 ppm Ca, Na, Mg, K und Fe, 0,5 ppb Hg und 10 ppb aller anderen Elemente, was dem Kalibrierungsstandard des Niveaus 5 entsprach. Der CCV-Standard wurde jeweils nach 10 Abwasserproben über mehr als acht Stunden gemessen. Die Wiederfindungen aller Analyten für alle 14 Messungen des CCV wurden berechnet und als Stabilitätsdiagramm wie in Abbildung 3 gezeigt dargestellt. Alle Wiederfindungsraten lagen innerhalb von $100 \pm 10\%$, was die Kriterien nach EPA 6020 erfüllt und die Stabilität des 7900 ICP-MS mit ADS 2 über einen kontinuierlichen Lauf von mehr als acht Stunden belegt.

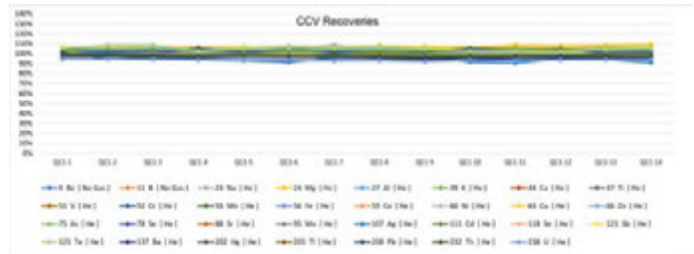


Abbildung 3. CCV-Wiederfindungen über mehr als acht Stunden kontinuierlicher Messung von Abwasserproben.

Die ISTD-Stabilität wurde für dieselbe Probencharge über mehr als acht Stunden überwacht. Wie in Abbildung 4 gezeigt, lagen die ISTD-Wiederfindungsraten innerhalb von $100 \pm 20\%$, was die ausgezeichnete Robustheit und Toleranz gegenüber der Matrix des 7900 ICP-MS zeigt. Die Stabilitätstests bestätigen, dass die automatische Verdünnungsmethode des ICP-MS sich für lange analytische Läufe eignet, die für Routinelabore typisch sind.

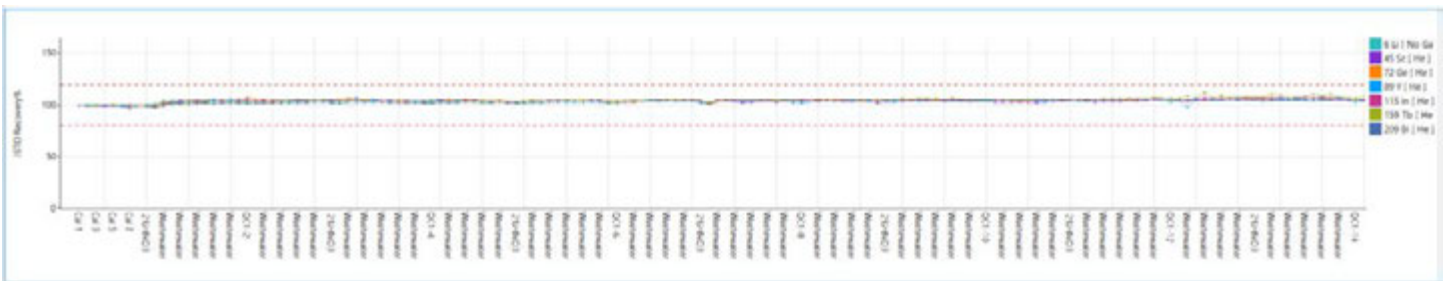


Abbildung 4. ISTD-Stabilität über eine mehr achtstündige Messung von Abwässern. Die roten gestrichelten Linien zeigen die $\pm 20\%$ -Kontrollgrenzen.

Zusammenfassung

Die Analyseleistung des Agilent 7900 ICP-MS mit dem automatischen Verdünnungssystem Agilent ADS 2 wurde hinsichtlich der Kalibrierungsgenauigkeit, Wiederfindung zertifizierter Elemente in zwei Abwasser-CRM und einem Matrix-Spike-Test von realem Abwasser bewertet.

Für die automatisierte Kalibrierung mit dem ADS 2 zeigte sich eine ausgezeichnete Linearität für alle Elemente. Die quantitativen Ergebnisse für die beiden Abwasser-CRM und die versetzte Abwasserprobe erfüllten nach der reaktiven Verdünnung durch das ADS 2 die Akzeptanzkriterien der EPA-Methode für Wiederfindungen. Die Wiederfindungstests bestätigten die Genauigkeit der 7900 ICP-MS Methode und die Fähigkeit des ADS 2 Systems zur intelligenten Verdünnung.

Die Robustheit und Reproduzierbarkeit der automatisierten Verdünnungsmethode über mehr als acht Stunden kontinuierlicher Messungen wurden durch die Wiederfindungen der CCV und ISTD innerhalb der in der EPA-Methode 6020 festgelegten Grenzen nachgewiesen.

Das vollständig integrierte automatische Verdünnungssystem für ICP-MS von Agilent bietet Laboren ein schnelles, intelligentes und nachhaltiges automatisiertes Protokoll für die tägliche Analyse einer breiten Palette von Probenotypen. Durch die Automatisierung von arbeitsintensiven Aufgaben wie die Zubereitung von Kalibrierungsstandards, Verdünnung von Proben und Verdünnung von Proben mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrierungsbereichs können Labore die Probenbearbeitungszeit verkürzen, was zu langfristigen Produktivitätssteigerungen führt.

Referenzen

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Publikation von Agilent, [5994-7211EN](#)
2. EPA Method 200.8 Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry, Revision 5.4, EMMC Version, aufgerufen im Januar 2024, [EPA Method 200.8: Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry | US EPA](#)
3. EPA Method 6020B Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS), Revision 2, July 2014, aufgerufen im Januar 2024, [EPA Method 6020B \(SW-846\): Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry | US EPA](#)

Weiterführende Informationen

Yamashita, R., Automated Analysis of Low-to-High Matrix Environmental Samples Using a Single ICP-MS Method, Publikation von Agilent, [5994-7114EN](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, Publikation von Agilent, [5994-7232EN](#)

Liste der Verbrauchsmaterialien

Produkttyp	Agilent Bestellnummer	Beschreibung
Probenschleife für AVS MS/ADS 2	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/7900icpms

DE26776971

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Gedruckt in den USA, 19. März 2024
5994-7113DEE

