

Messen Sie ICP-OES-Proben mehr als einmal?

Zeitverschwendende Wiederholungsmessungen beenden



Die Geschichte von Lukas

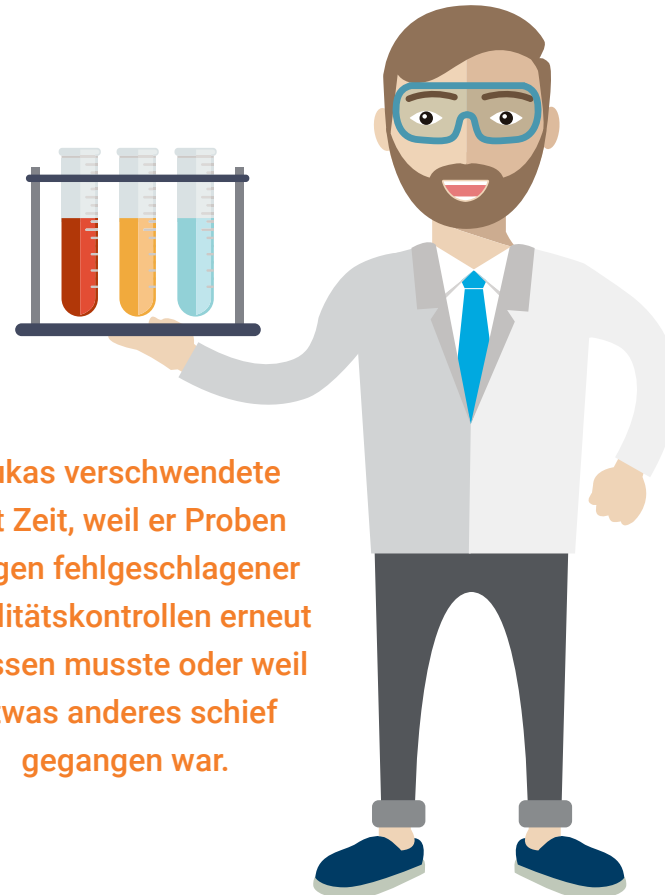
Lukas (Name geändert) war ein Analytiker im Immer-Richtig-Labor. Seine Aufgabe bestand darin, Proben mit einem ICP-OES zu analysieren sowie ein GC-System zu betreiben und weitere Laboraufgaben zu übernehmen. Lukas hatte einige Jahre Erfahrung, aber er bezeichnete sich für keine der Techniken als Experte. In der Regel fragte er einen erfahreneren Analytiker um Rat, wenn er mit einem der Geräte Probleme hatte.

Das Labor analysierte Proben für eine Reihe von Kunden: Proben von Lebensmittelherstellern, die für ihre Produkte eine Qualitätskontrolle benötigten, bis zu Wasserproben der Aufsichtsbehörde vor Ort. Das Unternehmen war stolz darauf, seinen Kunden pünktlich exakte Ergebnisse zu liefern. Die Kunden verwendeten die Ergebnisse, um sicherzustellen, dass ihre Produkte die Spezifikationen einhielten, und um zu entscheiden, ob diese zum Verzehr freigegeben werden konnten. Berichte mit falschen Ergebnissen zu erstellen würde negative Folgen für den Ruf des Immer-Richtig-Labors haben.

Lukas befolgte alle Vorgehensweisen der Guten Praxis zur Standard-Qualitätskontrolle. Die Herstellung von Proben und Standards führte er sorgfältig durch, um Kontaminationen zu vermeiden und keine Fehler einzuschleppen. Trotz seiner Bemühungen, musste er Messungen von Proben oft wiederholen. Dieses Problem lag entweder an fehlgeschlagenen Qualitätskontrollen, an anderen Dingen, die bei der Analyse schief gegangen waren, oder daran, dass die Ergebnisse einiger Proben falsch aussahen. An manchen Tagen musste Lukas sogar 20 % der Proben erneut messen. Manchmal überprüfte er die Ergebnisse erneut, indem er die Proben mit einer anderen Technik, beispielsweise ICP-MS, analysierte. Dieses Vorgehen war mit viel Stress und Zeitaufwand verbunden und zwang ihn häufig, Überstunden zu machen. Es führte auch dazu, dass die Kunden ihre Ergebnisse erst mit Verzögerung bekamen, worüber sie sich ärgerten.

Lukas möchte gern weniger häufig Wiederholungsmessungen von Proben machen. Dann könnte er mehr Zeit für sinnvollere Arbeiten verwenden.

Glücklicherweise gibt es Möglichkeiten, wie Lukas die Zuverlässigkeit seines analytischen Verfahrens verbessern kann. Dieses eBook enthält die häufigsten Ursachen für Wiederholungsmessungen von Proben und wie diese vermieden werden können.

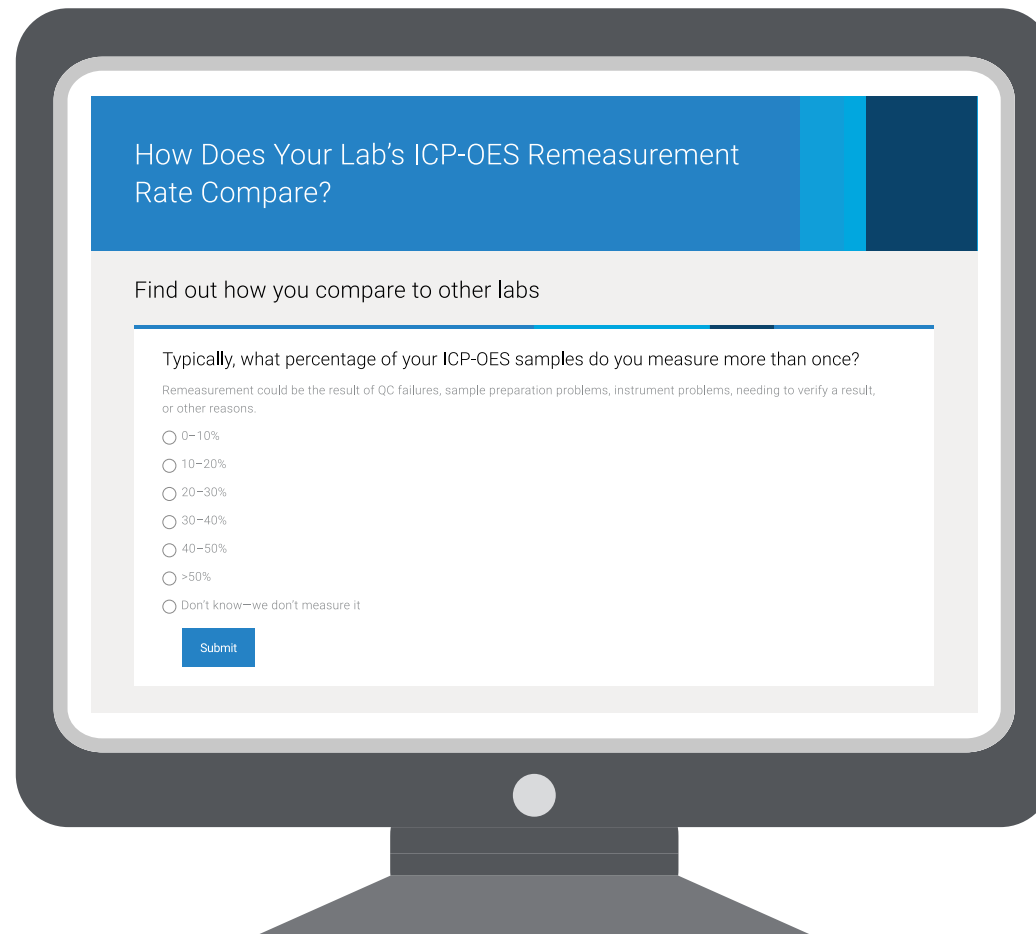
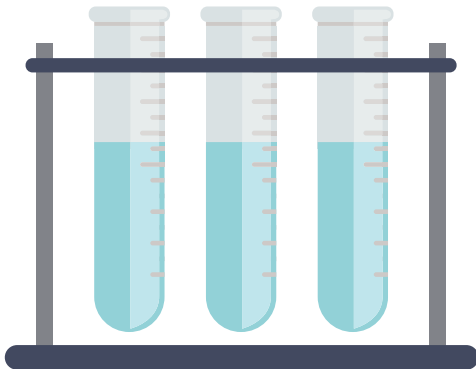


Lukas verschwendete oft Zeit, weil er Proben wegen fehlgeschlagener Qualitätskontrollen erneut messen musste oder weil etwas anderes schief gegangen war.

Wie viele Proben werden in Labors wiederholt gemessen?

In einer Online-Umfrage, die 2019 durchgeführt wurde, gaben mehr als 200 Teilnehmer den Prozentsatz an ICP-OES-Proben an, die sie mehr als einmal analysierten.

Sie gaben an, dass sie im Durchschnitt 15 % ihrer Proben erneut analysierten. Interessanterweise erfassen 15 % der Umfrageteilnehmer nicht, wie viele Wiederholungsmessungen sie vornehmen. Sie haben also keine Vorstellung davon, wie viel Zeit sie verschwenden und wie viel sie das kostet.



Wie viel kosten Wiederholungsmessungen von ICP-OES-Proben?

Die meisten Labors kennen die Kosten von Ausfallzeiten, weil der Ausfall oder eine geplante Wartung bedeutet, dass keine Proben gemessen werden können. Aber wie sieht es mit den Kosten aus, wenn Proben mehr als einmal gemessen werden müssen?

Ein QC-Fehler bei einer regulierten oder im Labor erstellten Methode kann dazu führen, dass die Kalibrierung, eine Geräteleistungsprüfung (IPC), eine Blindprobe und dann die letzten 10 Proben oder mehr noch einmal gemessen werden müssen. Für schwierige Proben bedeutet die Wiederholungsanalyse wahrscheinlich auch, dass der Aufschluss der Probe ebenso wie die ICP-OES-Analyse wiederholt werden müssen.

„Die meisten Labors kennen die Kosten für Ausfallzeiten. Aber wie sieht es aus, wenn Proben erneut gemessen werden müssen?“

Wiederholungsanalysen verursachen unterschiedliche Kosten:

Offensichtliche Kosten:

Laborzubehör und Verbrauchsmaterialien, einschließlich Argon, Strom, Reagenzien
Personalkosten

Nicht so offensichtliche Kosten:

Entgangene Möglichkeiten, Umsatz erzeugende Proben zu messen

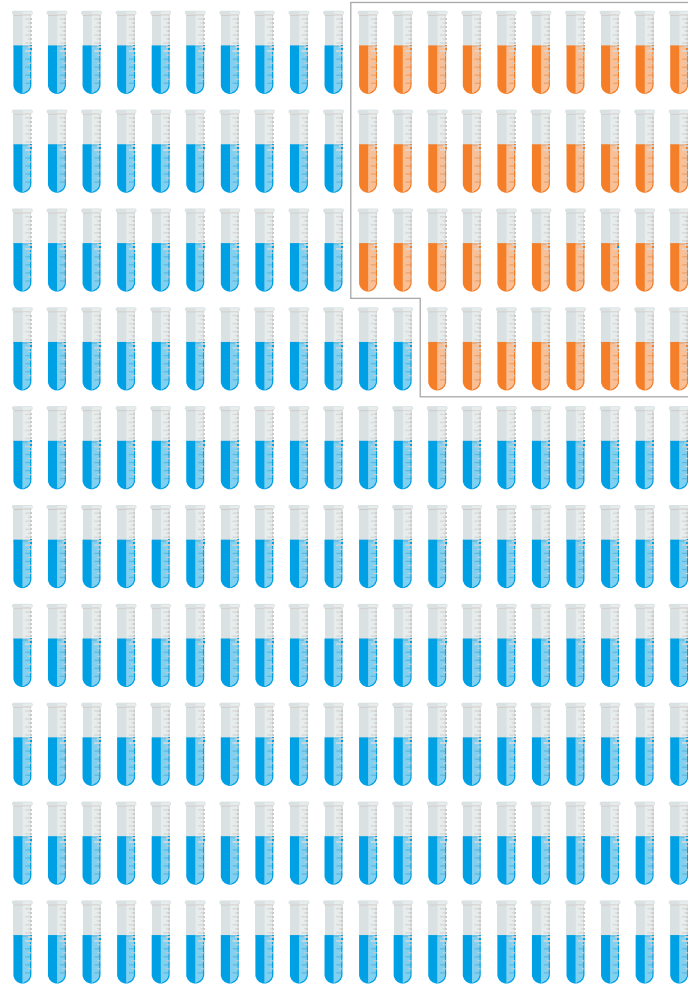
Erhöhte Personalfuktuation wegen Unzufriedenheit am Arbeitsplatz und Notwendigkeit für Überstunden

Verlust des guten Rufs oder sogar Verlust von Kunden durch verspätete oder fehlerhafte Ergebnisse



Berechnung der Auswirkungen von Wiederholungsmessungen

250
Proben pro Woche



15 %

müssen aus verschiedenen
Gründen erneut gemessen
werden – das sind 38 Proben
pro Woche.

2,5 Minuten

für die ICP-OES-Messung einer
Probe ist ein typischer Wert für
ein schnelles Gerät.

38 Proben x 2,5 Minuten sind

95 Minuten



In einem Jahr summiert sich das zu
82 Stunden oder zwei Arbeitswochen!

Wie Sie am Beispiel sehen, können sich
die Kosten für Wiederholungsmessungen
wirklich summieren.

Die häufigsten Ursachen für Wiederholungsmessungen von Proben und wie diese verhindert werden können

Es gibt viele Gründe, warum Proben ein zweites Mal gemessen werden müssen. Proben können verwechselt worden sein oder während der Messung lief etwas schief. Vielleicht merken Sie erst, dass Sie ein Problem haben, wenn die QK-Lösung fehlschlägt oder wenn beim Überprüfen der Ergebnisse etwas nicht stimmt. Unabhängig davon, welcher Grund vorliegt, Wiederholungsmessungen von Proben sind zeitaufwändig, stressig und verursachen Kosten.

Die Ursachen für Wiederholungsmessungen von Proben können in der Regel in zwei Kategorien eingeteilt werden: **Gerätespezifische Probleme** und **probenspezifische Probleme**. Probenspezifische Probleme beinhalten alles vom Aufschluss der Probe und der Probenvorbereitung bis zu Problemen, die durch die Probenmatrix verursacht werden, und Verwechslungen.

Hier gehen wir darauf ein, wie die häufigsten Ursachen für Wiederholungsmessungen von Proben verhindert werden können – und wie Zeit gespart werden kann.

QK-Lösungen

Sie kennen sich mit QK-Lösungen nicht aus? Sie kennen Ihren internen Standard der Lösung zur Prüfung der Geräteleistung nicht? Die Definitionen dieser Begriffe finden Sie auf Seite 5 der US-EPA-Methode 200.7, die [hier](#) verfügbar ist, und in der US-EPA-Methode 6010c, die [hier](#) verfügbar ist



Gerätespezifische Probleme

1. Blockagen am Zerstäuber

Problem und Ursachen

Feinstoffpartikel können in wässriger Lösung nicht sichtbar sein und dennoch Ihren Zerstäuber blockieren. Blockagen können auch durch die Ablagerung von Salzpartikeln an der Zerstäuberspitze verursacht werden. Beide Quellen für Partikel können eine teilweise oder vollständige Blockage der Kapillare an der Spitze eines konzentrischen Glaszerstäubers verursachen. Diese Blockagen führen zu vielen Leistungsproblemen und letztendlich dazu, dass Proben erneut gemessen werden müssen.

Ein typisches Anzeichen für eine teilweise Blockage am Zerstäuber ist eine Drift für das Ergebnis einer Lösung zur kontinuierlichen Kalibrierungsüberprüfung (CCV). Die CCV-Lösung wird normalerweise regelmäßig während der Analyse überwacht.

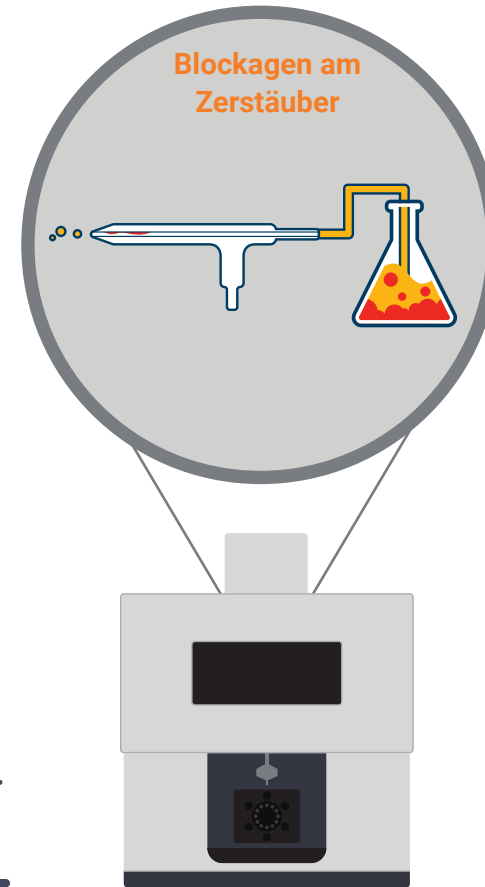
Eine vollständige Blockage am Zerstäuber führt dazu, dass es gar kein Signal gibt. Dies ist also einfach zu diagnostizieren, da keine Ergebnisse produziert werden.

Durch die Überwachung der CCV- und der Probenergebnisse im Laufe einer Analysenserie können Sie es vermeiden, Proben aufgrund von Blockagen am Zerstäuber erneut messen zu müssen.

Was tun?

Sollten bei Ihnen häufig Blockagen am Zerstäuber auftreten, ziehen Sie folgende Maßnahmen in Erwägung:

- Filtrierung oder Zentrifugierung der Proben
- Einstellung der Eintauchtiefe der Sonde des automatischen Probengebers so, dass diese nur wenig in die Lösung eintaucht. Diese Einstellung minimiert die Wahrscheinlichkeit, dass Partikel vom Boden des Teströhrchens in die Sonde gesaugt werden.
- Austausch der Art des Zerstäubers, den Sie benutzen: Verwendung eines Zerstäubers mit größerem Innendurchmesser für die Probenleitung.
- Verwendung eines Argon-Befeuchters, um die Zerstäuberspitze feucht zu halten. Eine feuchte Spitze führt dazu, dass sich keine Feststoffe an der Spitze des Zerstäubers ablagern. Blockagen durch Lösungen mit hohem Gesamtgehalt an gelösten Salzen (TDS) werden reduziert.



2. Probleme mit der Fackel

Problem und Ursachen

Wiederholungsmessungen von Proben können von Problemen verursacht werden, die bei schlechter Wartung der Fackel des Geräts entstehen. Das Ansaugen von Proben mit hoher Matrixkonzentration, wie beispielsweise 100 g/l, kann zu kristallinen Ablagerungen im Injektor der Fackel führen. Diese Ablagerungen können zu einer teilweisen Blockage des Fackelinjektors und zu einem reduzierten Signal führen. Werden verschiedene QK-Lösungen überwacht, zeigt eine Abwärtsdrift des Signals eine mögliche Blockage der Fackel an.

Unterschiedliche Qualitätskontrollen zeigen die Signaldrift folgendermaßen an:

- Häufige Überwachung einer zertifizierten Referenzmaterialprobe (CRM), die in einer QK-Lösung einer Laborkontrollprobe enthalten ist, zeigt abnehmende Wiederfindungsraten. Die Signaldrift kann auch als Abnahme des Verhältnisses der internen Standards beobachtet werden.

- Schlechte (geringe) Wiederfindung für Qualitätskontroll-Lösungen, wie die Lösungen zur kontinuierlichen Kalibrierungsüberprüfung (CCV), ist ebenfalls ein Zeichen für eine Signaldrift.

Was tun?

Ermittelt das Gerät nicht mehr die gleichen Werte für die Kalibrierungslösungen, ist eine Drift aufgetreten und eine Blockage ist wahrscheinlich. Bei horizontalen Fackeln tritt dies häufig auf. Bei stehenden (vertikalen) Fackeln tritt dieses Problem nicht so häufig auf. Die Verwendung einer Fackel mit einem größeren Injektordurchmesser kann die Blockagen verhindern.

Die Durchführung automatisierter Geräteleistungstests zu Beginn jedes Tages, die ein Bestehen oder Nicht-Bestehen von Messungen auf der Basis von durch den Hersteller vorgegebenen Werten anzeigen, weisen auf Probleme mit der Empfindlichkeit hin. Ein Bestehen des Empfindlichkeitstests, bei dem die richtige Lösung verwendet wird, zeigt an, dass die Fackel sauber ist und richtig zusammengesetzt und installiert wurde.

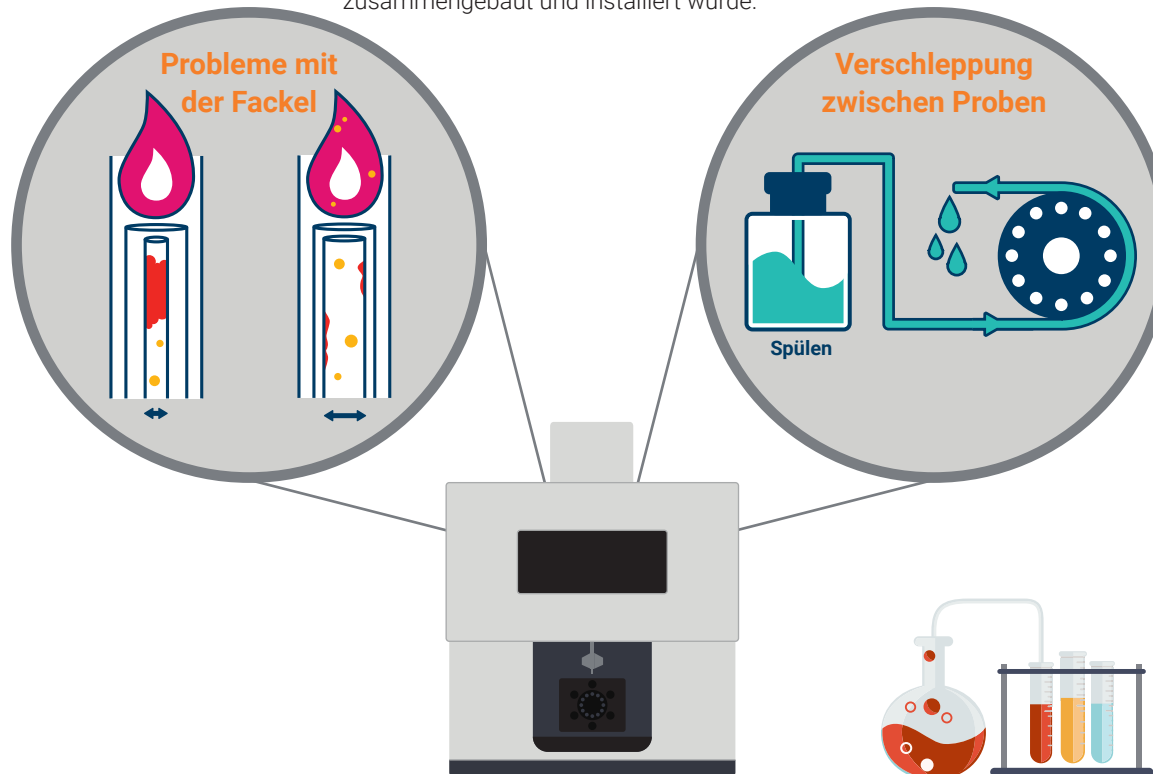
3. Verschleppung zwischen Proben

Problem und Ursachen

Eine Probe mit unerwartet hohem Matrixgehalt in einer Probencharge kann zur Kontamination der nächsten Probe durch Verschleppung stark absorbierender Elemente führen. Zu diesen Elementen gehören beispielsweise B, Mo und W. Die Kontamination kann falsch hohe Ergebnisse liefern.

Was tun?

Die regelmäßige Überwachung einer kontinuierlichen Kalibrierungsblindprobe bei der Analyse unterstützt das Identifizieren unerwarteter Kontaminationen durch Verschleppung. Dieses Verfahren hat jedoch nur eine geringe Wahrscheinlichkeit, alle Probleme durch Verschleppung zu erfassen, es sei denn, die Blindprobe wird häufig in die Probensequenz eingebaut. Die Nutzung einer automatisch bestimmten Spüldauer bietet für jede Probe Schutz vor Kontamination durch Verschleppung.



4. Geräteleistung entspricht nicht der Spezifikation

Problem und Ursachen

Ist bei einem Gerät oder Hilfsgerät (z. B. Argon- oder Kühlwasserversorgung) eine Fehlfunktion aufgetreten, wird die Analyseleistung beeinträchtigt. Solche Situationen können die Empfindlichkeit, die Präzision, den dynamischen Bereich sowie andere Aspekte der Leistung betreffen.

Die Fehlersuche bei diesen Problemen kann schwierig sein. Sie können dazu gezwungen sein, viele Proben erneut zu messen, bis Sie die Ursache des Problems entdecken.

Was tun?

Um zu verhindern, aufgrund von Geräteproblemen Proben erneut messen zu müssen, führen Sie jeden Tag vor Beginn der Analysen einen automatisierten Geräteleistungstest durch.

5. Falsch eingestellte Parameter

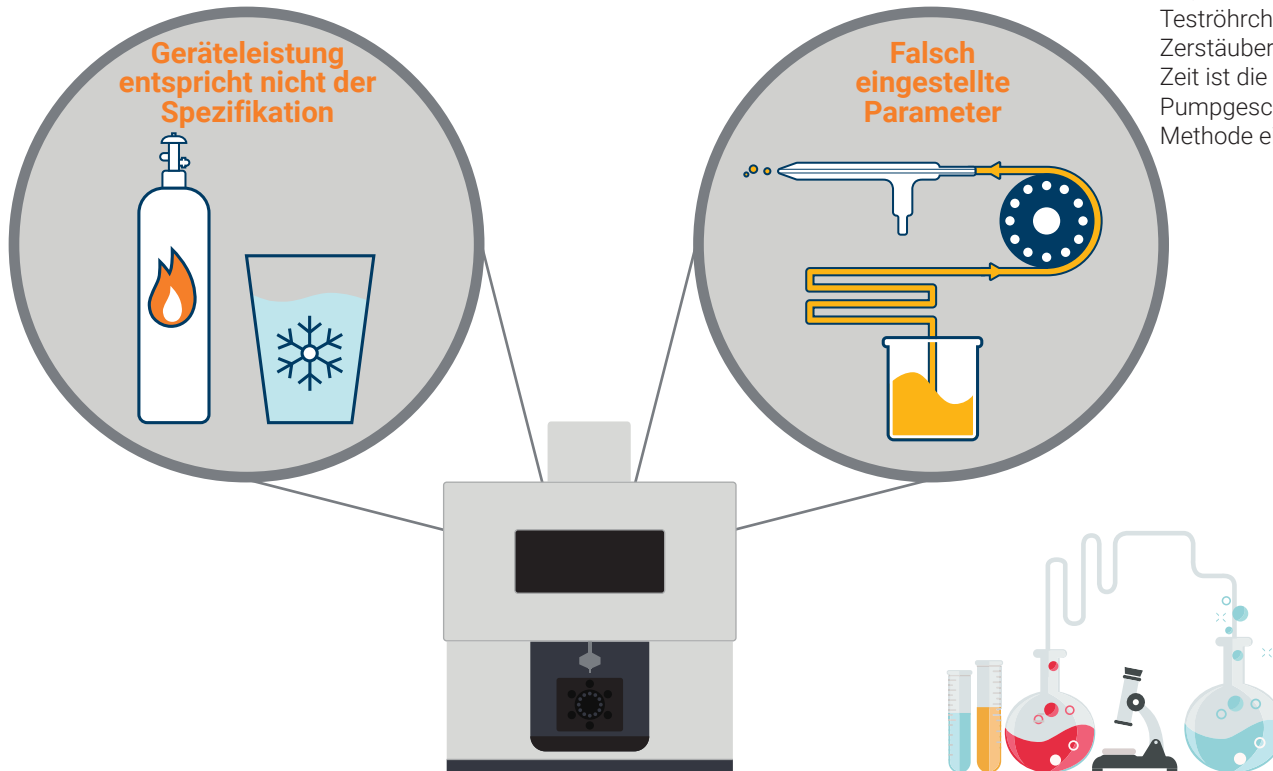
Problem und Ursachen

Falsch eingestellte Geräteparameter wie Gasfluss, Hochfrequenzleistung, Pumpgeschwindigkeit oder Verzögerungszeit können Ihre Ergebnisse erheblich beeinträchtigen. Eine ungeeignete Hochfrequenzleistung oder unpassende Argon-Gasströme ins Plasma können eine ungeeignete Plasmatemperatur verursachen. Es werden nicht alle Atome und Ionen in der Probe angeregt, was in der Folge zu einer reduzierten Emission und einer geringeren Empfindlichkeit führt. Dies beeinträchtigt die Präzision für Analyten im Spurenbereich. Die Präzision liegt dann in manchen Fällen außerhalb der Labortoleranz, die Proben müssen erneut gemessen werden und Zeit wird verschwendet.

Was tun?

Um solche Situationen zu verhindern, analysieren Sie eine zertifizierte Referenzmaterialprobe (CRM), die Sie als Laborkontrollprobe (LCS) in die Probensequenz einfügen. Sie sollten möglichst immer eine CRM-Probe, die eine ähnliche Matrix hat wie Ihre Proben, in das Methodenentwicklungsverfahren aufnehmen. Ihr Ziel sollte sein, bei der Messung der CRM-Probe gute Wiederfindungsraten im Spurenbereich zu erhalten (vorausgesetzt, der Spurenbereich liegt innerhalb der Spezifikationen des Herstellers für Ihr Gerät). Können Sie keine guten Wiederfindungsraten im Spurenbereich erzielen, muss die Methode weiter optimiert werden.

Die Einstellungen für die Pumpgeschwindigkeit oder die Verzögerungszeit für die Probe in Ihrer Methode können durch die Überwachung der Präzision der QK-Lösungen bewertet werden. Prüfen Sie diese beiden Einstellungen vor dem Start von Analysen. Um zu prüfen, ob die Pumpgeschwindigkeit und die Aufnahmeverzögerungszeit korrekt sind, starten Sie die hohe Pumpgeschwindigkeit und messen Sie, wie lange die Lösung benötigt, um vom Teströhrchen im automatischen Probengeber in die Zerstäuberkammer zu gelangen. Die gemessene Zeit ist die Aufnahmeverzögerung. Die hohe Pumpgeschwindigkeit sollte manuell in die Methode eingegeben werden.



6. Verschmutzte präoptische Fenster

Problem und Ursachen

Präoptische Fenster sind die Glasfenster zwischen der Kammer mit der Fackel und der Kammer, in der sich die optischen Komponenten des Geräts befinden. Wenn sich Kontaminationen an den Fenstern aufbauen, reduziert dies die Menge des emittierten Lichts, das in das Optiksystem und zum Detektor gelangt. Verschmutzte präoptische Fenster verursachen eine geringere Empfindlichkeit.

Eine geringere Empfindlichkeit führt zu schlechter Präzision, was dazu führen kann, dass Proben erneut gemessen werden müssen, insbesondere Proben mit Analyten im Spurenbereich. Durch die Überwachung der Präzision der QK-Proben kann dieses Problem erkannt werden. Es gibt jedoch viele Probleme der Analyseleistung, die zu schlechter Präzision der Ergebnisse führen. Dadurch ist es schwierig; die jeweilige Ursache genau zu bestimmen.

Was tun?

Sie sollten die Reinigung der präoptischen Fenster in den Plan für regelmäßige Wartungsmaßnahmen für das Gerät aufnehmen. Die tägliche Durchführung automatisierter Geräteleistungstests deckt ebenfalls Verluste der Geräteempfindlichkeit auf.

7. Probleme der Probenleitung: undichte Verbindungen, Gasblasen oder falsche Spannung

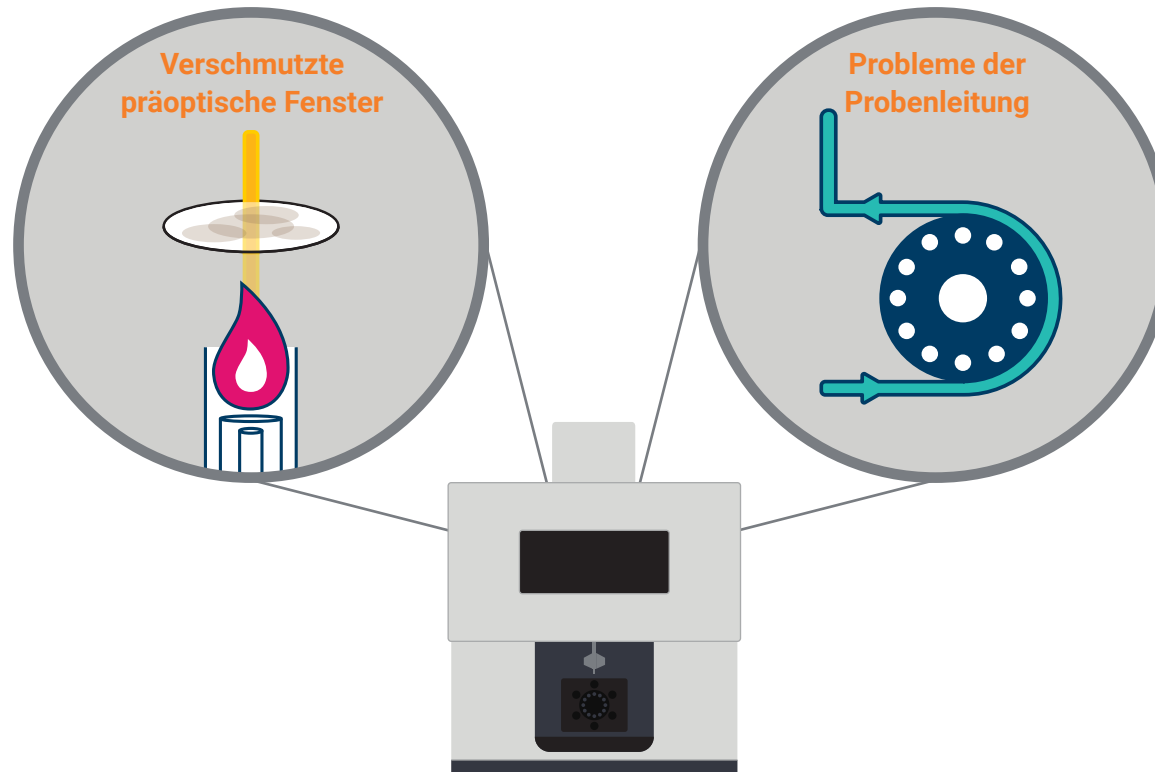
Problem und Ursachen

Verschlossene, undichte oder schlecht angebrachte Schläuche der peristaltischen Pumpe verursachen eine schlechte Präzision der Ergebnisse. Die Präzision kann mittels QK-Lösungen überwacht werden, aber diese werden häufig in einem Abstand von 30 bis 40 Minuten eingesetzt. Wenn Sie warten, bis eine QK-Lösung fehlschlägt, um dann das Problem zu lösen, wird schon Zeit verschwendet, da Sie den Fehler erst nach 30-40 Minuten entdecken.

Was tun?

Regelmäßige Routinewartung verhindert das Auftreten von Problemen mit den Schläuchen der peristaltischen Pumpe. Die Überprüfung der Elastizität, der runden Form, der Verbindungen und der Spannung des Schlauchs zu Beginn jedes Arbeitstages, oder wenn Ihre Standardarbeitsanweisung dies erfordert, ist wichtig. Wenn Sie daran denken, den Schlauch der peristaltischen Pumpe am Ende jedes Arbeitstages auszuspannen, verlängert dies auch seine Lebensdauer. Diese Überprüfungen können die Gefahr reduzieren, dass Sie Proben aufgrund von Problemen mit dem Pumpenschlauch erneut messen müssen. Sie vermeiden auch, mit der Wartezeit für die Konditionierung des neuen Pumpenschlauchs Zeit zu verschwenden.

Auch hier stellt die Durchführung automatisierter Geräteleistungstests zu Analysenbeginn jedes Tages fest, ob die Präzision der Ergebnisse den Spezifikationen des Herstellers entspricht.



8. Verschmutzte oder kontaminierte Zerstäuberkammer

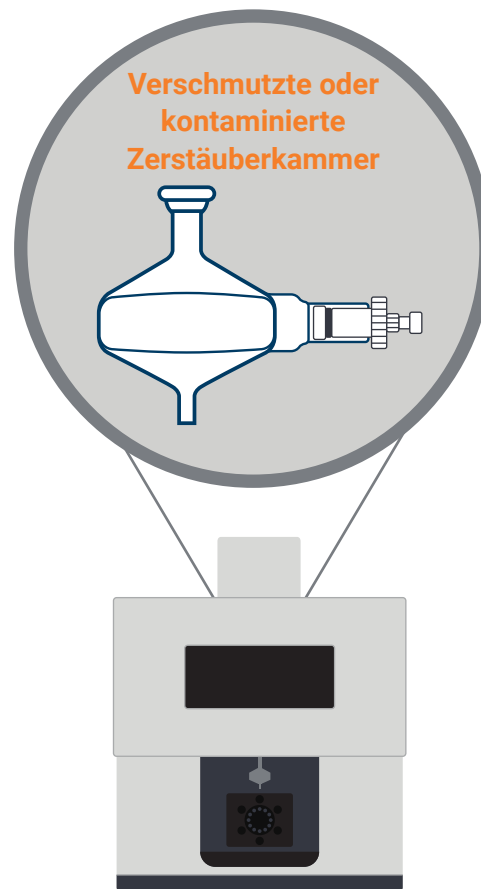
Problem und Ursachen

Eine verschmutzte oder kontaminierte Zerstäuberkammer führt zu einem schlechten Abfluss oder zu ungleichmäßigem Ansaugen des Aerosols ins Plasma. Um dieses Problem zu erkennen, beobachten Sie, wie die Lösung an der Innenseite der Zerstäuberkammer herunterläuft. Die Flüssigkeit sollte als zusammenhängender Film an der Zerstäuberkammer herunterlaufen. Laufen stattdessen einzelne Tröpfchen herunter, ist die Zerstäuberkammer verschmutzt.

Ein schlechter Abfluss aus einer verschmutzten Zerstäuberkammer führt zu schlechter Präzision. Die Präzision kann mithilfe einer QK-Lösung oder eines internen Standards überwacht werden. Das Problem besteht darin, dass QK-Lösungen häufig mit einem Abstand von 30 Minuten eingesetzt werden. Identifiziert ein QK-Fehler das Problem, haben Sie bereits 30 Minuten Zeit verschwendet.

Was tun?

Nehmen Sie die Reinigung der Zerstäuberkammer in Ihre Routinewartung auf. Führen Sie auch automatisierte Geräteleistungstests zu Beginn jedes Tages durch. Die Maßnahme stellt fest, ob die Präzision der Ergebnisse den Spezifikationen des Herstellers entspricht.



Reinigung der Zerstäuberkammer

Dieses Video bietet Informationen zur Auswahl und Reinigung von Zerstäuberkammern für die ICP-OES

www.agilent.com/en/video/spraychamber



Probenspezifische Probleme

1. Spektrale Störungen

Problem und Ursachen

Im Wellenlängenbereich eines ICP-OES-Systems gibt es Zehntausende von Emissionslinien elementarer Atome sowie von Ionen. Emissionen von anderen Elementen als derjenigen, die Sie analysieren, können unter Umständen falsch erhöhte Ergebnisse verursachen. Diese Situation ergibt sich häufig, wenn Ihnen völlig unbekannte Proben vorliegen. Eine solche Probe kann eine Vielzahl „versteckter“ Elemente enthalten, die mit den Emissionslinien der Elemente, die Sie messen, überlappen. Es können auch unerwartet hohe Konzentrationen der Elemente vorliegen, die Sie messen, welche auch Störungen verursachen. Die Störungen beeinträchtigen Ihre Ergebnisse.

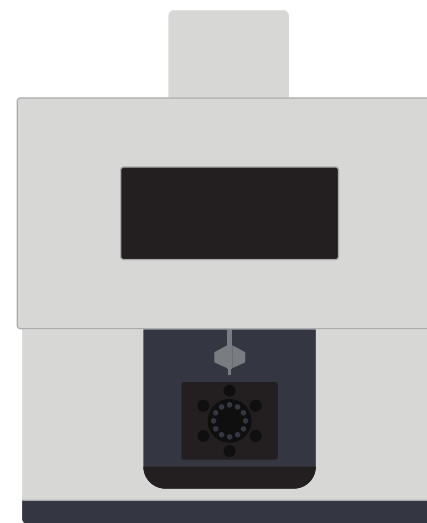
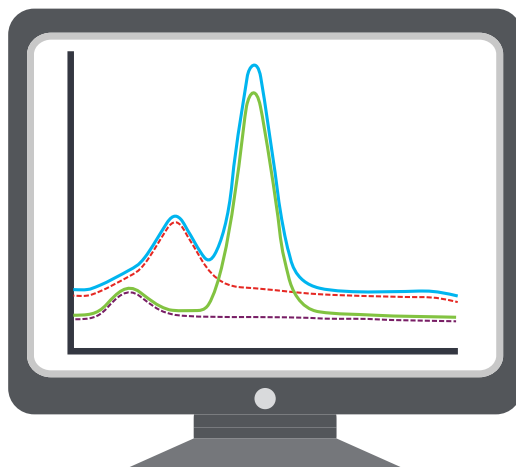
Was tun?

Verwenden Sie die folgenden Ansätze, um zu verhindern, dass spektrale Störungen Probleme bei Ihren Ergebnissen verursachen.

- Wissen Sie nicht, was eine Probe enthält, wählen Sie mehrere Emissionslinien für jedes zu messende Element aus. Diese einfache Strategie ist bestens geeignet, um eine Qualitätskontrolle einzubauen und damit Störungen zu identifizieren und zu vermeiden. Nach dem Erhalt der Konzentrationsergebnisse für mehrere Wellenlängen für dasselbe Element überprüfen Sie, ob jede Emissionslinie für das Element dasselbe Ergebnis liefert. Unbekannte spektrale Störungen können ein fehlerhaft hohes Ergebnis verursachen. Jegliche Ergebnisausreißer sollten nicht verwendet werden. Von den Wellenlängen, die das gleiche Ergebnis liefern, verwenden Sie den Wert der Wellenlänge, bei der die

beste Analyseleistung vorliegt. Kriterien für die Analyseleistung sind die Präzision (d. h. geringe relative Standardabweichung), die Empfindlichkeit (d. h. maximale SRBR) und das Fehlen offensichtlicher spektraler Störungen, die Schultern verursachen (d. h. glatte Gaussskurve als Peakform im Spektrum).

- Vermuten Sie Probleme durch spektrale Störungen und wissen Sie, welche Elemente die Störung verursachen, bereiten Sie definierte Lösungen dieser Elemente vor und entwickeln Sie die Interelementkorrektur (IEC)-Faktoren, um die Störung zu kompensieren.
- Eine einfache Alternative zur Entwicklung von IEC-Faktoren ist die Entwicklung von Spektrendekonvolutionsmodellen zur Interferenzkorrektur. Eine Anleitung, wie Sie dies tun können, finden Sie in der Online-Hilfe Ihrer ICP-OES-Software.



2. Kalibrierungsprobleme

Problem und Ursachen

Die manuelle Herstellung von Kalibrierungsstandards kann Fehler einschleppen. Diese Fehler führen zur Entwicklung falscher linearer Regressionen und die berechnete Konzentration der unbekannt Probe wird dann fehlerhaft. Einige Ursachen von Kalibrierungsfehlern lassen sich auf folgende Probleme zurückführen:

- Nicht oder falsch kalibrierte Pipetten
- Kontaminierte Glasteile aufgrund von ungeeigneter Reinigung
- Kreuzkontamination von Stammlösungen durch direktes Pipettieren aus dem Gefäß. Gießen Sie immer die ungefähr benötigte Menge in ein separates Röhrchen und werfen Sie die nicht benötigte Stammlösung
- Unbeabsichtigte Verwendung der falschen Stammlösung bei der Herstellung eines Multielementstandards aus Stammlösungen der einzelnen Elemente
- Auslassung oder Verdopplung eines erforderlichen Elements in einem Multielementstandard
- Verwendung von Stammlösungen, deren Verfallsdatum abgelaufen ist
- Zersetzung von Stammlösungen oder Standards durch ungeeignete Lagerung
- Schlechte Qualität der Reagenzien
- Verwendung der falschen Säure zur Stabilisierung

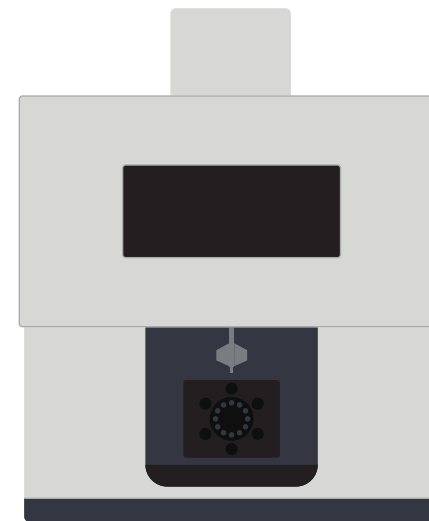
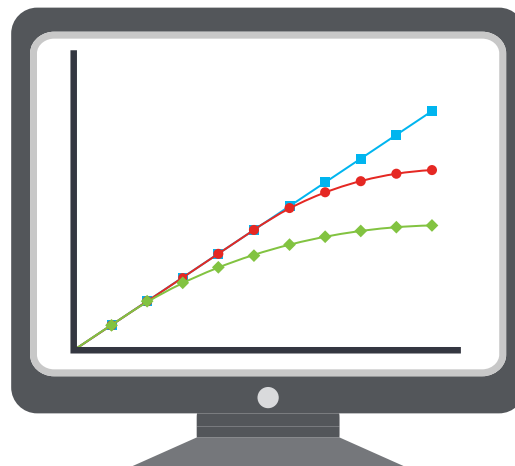
Was tun?

Um die Genauigkeit der Kalibrierung sicherzustellen, führen Sie folgende Maßnahmen durch:

- Überprüfen Sie die Genauigkeit der Kalibrierungsstandards, indem Sie eine Lösung zur Überprüfung der Erstkalibrierung messen, die Sie aus der Stammlösung eines anderen Herstellers herstellen.
- Bei der Herstellung von Multielement-Kalibrierstandards aus Stammlösungen für einzelne Elemente überprüfen Sie immer das Maß an Kontaminationen auf dem Analysenzertifikat (CoA), um sicherzustellen, dass die Verunreinigungen vernachlässigt werden können.
- Wir empfehlen Standards in ICP-Qualität. Vermeiden Sie die Verwendung von Qualitätsstandards für die Atomabsorptionsspektroskopie, da diese häufig ein höheres Maß an Kontaminationen aufweisen und aus Salzen hergestellt sein können, die mit anderen Elementen nicht kompatibel sind.
- Kalibrierungsstandards, die die Elemente Mo, Ti, Sb und Sn enthalten, sollten häufiger frisch hergestellt werden, wenn sie in verdünnter Salpetersäure vorliegen. Dieses Vorgehen wird aufgrund der geringen Stabilität dieser Lösungen empfohlen.
- Verwenden Sie eine gewichtete Kalibrierkurvenanpassung, um die Genauigkeit bei geringen Analytkonzentrationen zu verbessern, insbesondere bei Messungen in einem weiten Konzentrationsbereich.

Die Dokumentation der Einhaltung von Verfahren für gute Laborpraxis mithilfe einer Standardarbeitsanweisung (SOP) kann dabei unterstützen, viele Probleme im Bereich der fehlerhaften Herstellung von Kalibrierlösungen zu verhindern. Die Lösung von Kalibrierungsproblemen könnte folgende Maßnahmen enthalten:

- Alle Pipetten mit einer Referenznummer versehen und den Zeitpunkt für eine Neukalibrierung in die elektronischen Aufzeichnungen aufnehmen. Jede Pipette mit einem Aufkleber versehen, der das Datum für die Neukalibrierung enthält.
- Laborweit ein strenges, bewährtes Protokoll für die Reinigung von Laborgeräten nach dem Gebrauch einhalten.
- Verwendung von Multielement-Stammlösungen für die Herstellung von Kalibrierlösungen.
- Verfallsdaten für die Stammlösungen elektronisch aufzeichnen, so dass das Labor-Qualitätssystem an die Entsorgung erinnert, wenn das Verfallsdatum abgelaufen ist.



3. Kontamination – der Blindprobe, des Standards und der Probe

Problem und Ursachen

Ein Anzeichen für die chemische Kontamination der Blindprobe, von Standards und Proben ist ein falsches QK-Ergebnis einer identisch hergestellten Labor-Reagens-Blindprobe. Andere Anzeichen sind beispielsweise schlechte Ergebnisse für eine Laborkontrollprobe (LCS) oder ein schlechter Vergleich mit einer mit Matrix gespikten Duplikatprobe (MSD).

Die Kontamination kann viele Gründe haben:

- Unzureichende Probenerfassungsverfahren
- Kontaminierte Reagenzien
- Ungeeignete Reinigung von Gefäßen für Aufschlüsse und die Lagerung
- Defektes Wasseraufbereitungssystem.

Häufig tritt eine Verschleppung auch im Probenaufgabesystem eines Geräts von einer Probe zur nächsten auf. Verschleppung tritt häufig auf, wenn eine hohe Konzentration eines absorbierenden Elements in einer Probe vorliegt. Ist dies der Fall, beobachten Sie fehlerhaft hohe Ergebnisse, keine gute Genauigkeit und schlechte Präzision. Sie erhalten hohe Emissionswerte für das erste Replikat und geringere Werte für das zweite Replikat, bevor das Signal sich stabilisiert.

Was tun?

Um Kontaminationsprobleme zu identifizieren, messen Sie regelmäßig mit dem vollständigen Aufschluss hergestellte Duplikate der Proben. Sie können auch die Intensität der Blindprobe überprüfen und mit dem Wert der Blindprobe einer zuvor durchgeführten Analyse vergleichen. Ist der Wert übermäßig hoch, ersetzen Sie die Blindprobe, da sie wahrscheinlich kontaminiert ist.

Ist eine Probe durch Verschleppung aus der vorherigen Probe kontaminiert, verlängern Sie die Spülzeit zwischen den Proben.

Um Kontaminationen zu verhindern, achten Sie darauf, dass in den SOP Anweisungen zur Probennahme und Probenvorbereitung sowie zur Reinigung der Laborgeräte enthalten sind. Dann müssen Sie nur sicherstellen, dass die Standardarbeitsanweisungen eingehalten werden.



4. Probleme und Verwechslungen bei der Probenvorbereitung

Problem und Ursachen

Eine falsche Probenvorbereitung verursacht fehlerhafte Ergebnisse. Unter Umständen haben Sie vergessen, vor dem Aufschluss eine der Säuren zuzugeben. Es sind beispielsweise HCl und HNO₃ erforderlich, wenn Sie Metalle der Platingruppe aufschließen wollen. Oder Sie haben eine chemisch ungeeignete Säure für das Element, das Sie analysieren wollen, verwendet. Die Zugabe von H₂SO₄ beispielsweise zu einer Probe bei der Analyse von Ba oder Pb bewirkt, dass diese Elemente aus der Lösung ausfallen.

Was tun?

Um Probleme bei der Probenvorbereitung zu identifizieren, verwenden Sie bei jeder Analysenserie immer auch eine Laborkontrollprobe (LCS), die eine ähnliche Matrix hat wie die relevanten Proben.

Stellen Sie sicher, dass das zertifizierte Referenzmaterial genau so vorbereitet wird wie die Proben. Dann haben Sie eine Probe mit bekannter Konzentration, anhand derer Sie Probleme bei der Probenvorbereitung feststellen können.

Tipp:

Enthält Ihre Methode zum Aufschluss der Probe Salzsäure, nehmen Sie Chlor mit in die ICP-Methode auf. Diese Maßnahme unterstützt die Fehlersuche bei Problemen – kein Cl? Jemand hat bei der Probenvorbereitung vergessen, HCl zuzugeben.



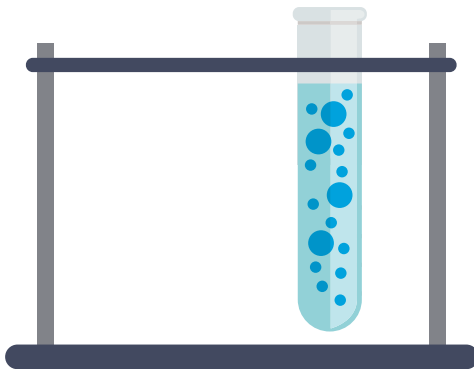
5. Proben mit hohem Matrixanteil

Problem und Ursachen

Liegen in Ihrer Probe zahlreiche Elemente vor, alle in unterschiedlichen Konzentrationen, können komplizierte Wechselwirkungen auftreten. Sie können zu verstärkten oder abgeschwächten Ergebnissen führen. Hohe Konzentrationen von einfach ionisierbaren Elementen (EIE) wie beispielsweise die Alkalimetalle Na und K, oder sogar Erdalkalimetalle wie Ca und Mg, können die Ergebnisse für andere Analyten verstärken oder abschwächen.

Eine schnelle Prüfung auf das Vorhandensein und die ungefähre Konzentration von Alkali- und Erdalkalielelementen in unbekanntem Proben vor der Analyse ist daher wichtig. Dieser Schritt ermöglicht, dass Sie Maßnahmen ergreifen, um sich auf die unterschiedlichen Konzentrationen vorzubereiten.

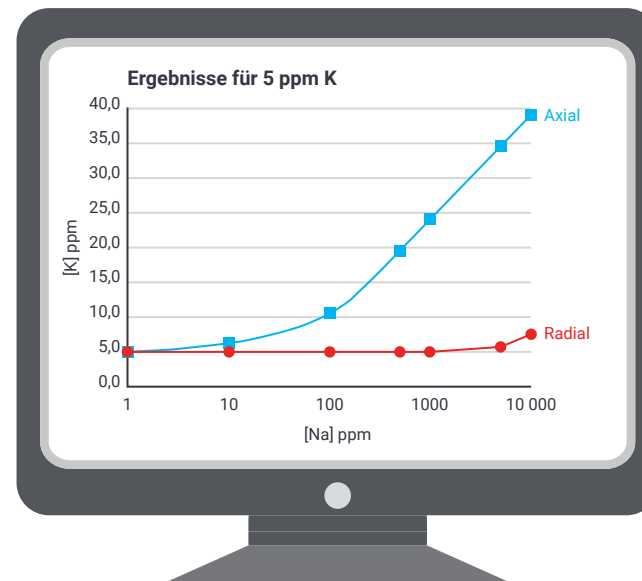
An schlechten Wiederfindungswerten für mit Matrix gespickten Duplikatproben (MSD) können Sie erkennen, ob eine EIE-Störung vorliegt. Für die meisten Analyten kommt es durch die Störung von einfach ionisierbaren Elementen zu einem abgeschwächten Ergebnis. Im Falle der Alkali- und Erdalkalimetalle sind die Ergebnisse höher, als sie sein sollten.



Was tun?

Strategien zur Vermeidung der Effekte von einfach ionisierbaren Elementen:

- Einbeziehung eines internen Standardelements und Aktivierung der internen Standardkorrektur
- Unter Umständen ist nur eine Verdünnung der Probe erforderlich, um wieder gute Wiederfindungsraten zu erhalten. Bei diesem Rat gehen wir davon aus, dass die relevanten Elemente nicht weiter als bis zur Mindestnachweisgrenze (MDL) des Geräts verdünnt werden
- Ähnliche Matrices wie in den Proben bei den Kalibrierungsstandards verwenden. Dieses Vorgehen ist nicht immer einfach, wenn die Proben völlig unbekannt sind
- Messung der Proben mit radialer Plasmabeobachtung



Mit der Zunahme der Na-Konzentration in einer Probe kann die Wiederfindung von K schlechter werden. Die Auswirkungen sind bei der Beobachtung des Plasmas im axialen Beobachtungsmodus stärker ausgeprägt.

6. Proben mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrationsbereichs

Problem und Ursachen

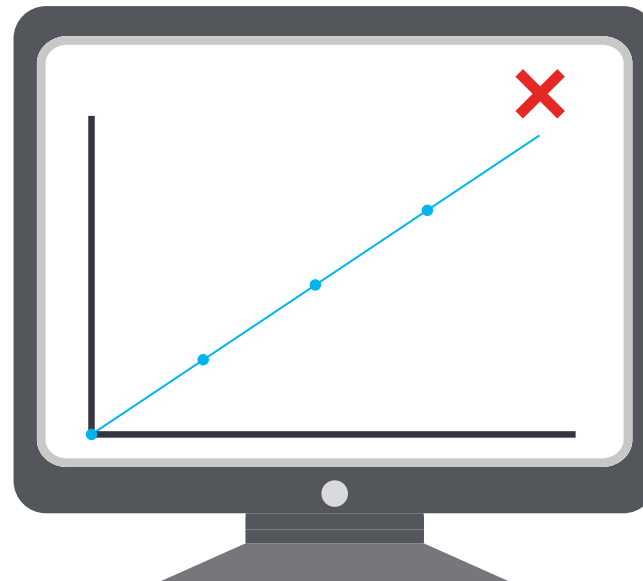
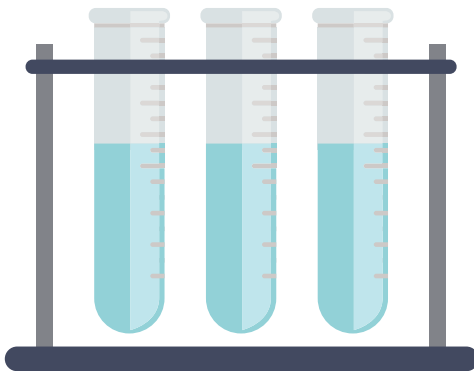
Eine unerwartet hohe Konzentration eines Analyten kann bedeuten, dass eine gemessene Probenkonzentration außerhalb des Kalibrationsbereichs liegt. Diese Situation ist ein häufiger Grund für Wiederholungsmessungen von Proben. Dies wird bei den Ergebnissen leicht festgestellt, da ein Fehlerhinweis erscheint, der auf das Ergebnis außerhalb des Kalibrationsbereichs aufmerksam macht. Sie sollten ein Ergebnis außerhalb des Kalibrationsbereichs nicht in einen Bericht aufnehmen, ohne die Linearität der Kalibrierung für die Konzentration außerhalb des Kalibrationsbereichs zu überprüfen.

Um den Fehler zu beheben, kann die entsprechende Probe verdünnt oder ein zusätzlicher Standard als Probe hinzugefügt und auf Linearität geprüft werden. Es sollte darauf geachtet werden, bei der Verdünnung keine Kontamination einzuschleppen.

Was tun?

Es gibt einfache Maßnahmen, um Probleme mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrationsbereichs zu vermeiden.

- Mit modernen ICP-OES-Geräten können Sie bei einer Vielzahl von Wellenlängen messen. Sie können für das zu messende Element auch mehrere Emissionslinien auswählen. Einige werden sehr empfindlich sein, andere weniger. Erhalten Sie eine Meldung über eine Konzentration oberhalb des Kalibrationsbereichs, wechseln Sie einfach zu einer weniger empfindlichen Linie für diesen Analyten. So können Sie das Verdünnen vermeiden.
- Wollen Sie keine andere, weniger empfindliche Wellenlänge verwenden, benutzen Sie ein in die ICP-OES-Software integriertes Verdünnungsmodul. Alle Proben mit Konzentrationen oberhalb des Kalibrationsbereichs werden dann automatisch verdünnt.
- Messen Sie Proben mit hohen Konzentrationen mit radialer Plasmabeobachtung.



Weitere Informationen:

www.agilent.com/chem/

Online-Store:

www.agilent.com/chem/store

Antworten auf technische Fragen und Zugriff
auf Ressourcen finden Sie in der Agilent Community:

community.agilent.com

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Veröffentlicht in den USA, 24. September 2019
5994-1263DEE

