

# Misuri i campioni ICP-OES più di una volta?

Impara a risparmiare tempo evitando di ripetere le misure



# La storia di Luca

Luca (un nome di fantasia) lavorava come analista presso i laboratori Always Right Labs.

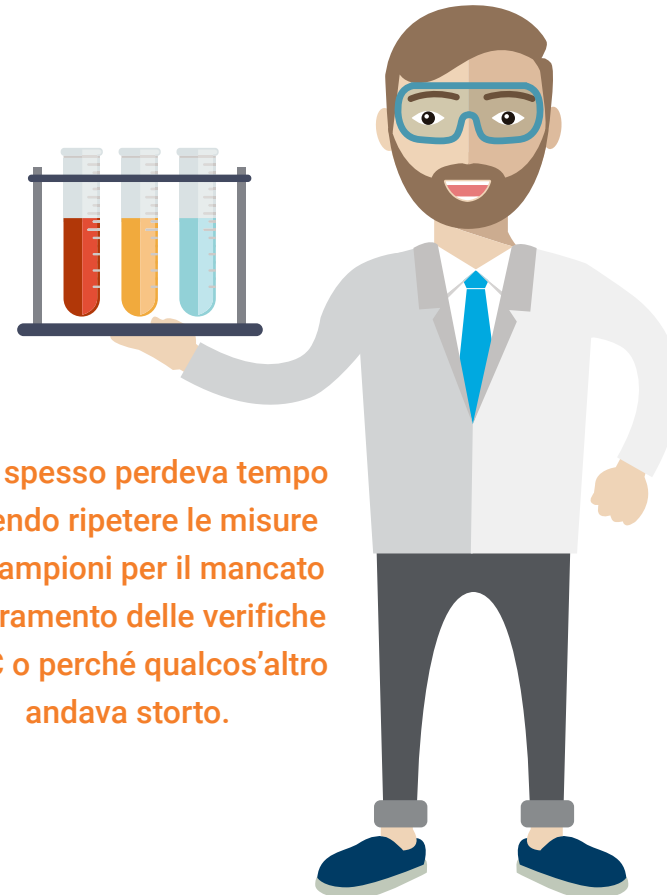
Si occupava di analizzare campioni su uno spettrometro a emissione ottica con sorgente al plasma accoppiato induttivamente (ICP-OES), oltre che del funzionamento di un gascromatografo (GC) e di svolgere altre attività di laboratorio. Luca poteva contare su un paio d'anni d'esperienza ma non si riteneva un esperto di queste due tecniche. In genere chiedeva aiuto a un analista più esperto se incontrava difficoltà con uno degli strumenti.

Il laboratorio analizzava campioni per svariati clienti, da aziende produttrici di alimenti, che commissionavano analisi di controllo qualità sui loro prodotti, all'agenzia governativa locale che richiedeva invece analisi delle acque. Il vanto del laboratorio era la capacità di fornire risultati accurati e tempestivi ai clienti. A loro volta, i clienti si avvalevano di tali risultati per verificare che i loro prodotti fossero conformi alle specifiche e idonei al consumo. Fornire risultati errati poteva avere gravi ripercussioni sulla reputazione dei laboratori Always Right Labs

Luca rispettava tutte le prassi standard del controllo qualità. Preparava accuratamente campioni e standard per evitare di introdurre errori e contaminazione. Nonostante si impegnasse al meglio, spesso era costretto a ripetere le misure sui campioni. Il problema aveva diverse cause: mancato superamento delle verifiche di QC, qualcosa che andava storto nel corso delle analisi o risultati dei campioni che apparivano sospetti. Certi giorni capitava che Luca dovesse rimisurare addirittura il 20% dei campioni. Talvolta eseguiva persino verifiche incrociate dei risultati analizzando i campioni con un'altra tecnica, per esempio l'ICP-MS. Oltre a essere stressanti e a fargli perdere tempo, queste attività extra spesso lo costringevano agli straordinari. Per non parlare dei ritardi nella consegna dei risultati ai clienti, cosa che non li lasciava certo soddisfatti.

Luca vorrebbe davvero ridurre il numero di volte in cui è costretto a rimisurare i campioni. Se ci riuscisse, potrebbe dedicare il proprio tempo ad altre attività professionali a più alto valore aggiunto.

Fortunatamente per Luca, esistono soluzioni per migliorare l'affidabilità delle sue procedure analitiche. Questo e-book presenta le cause più comuni della ripetizione delle misure sui campioni e spiega come evitarle.

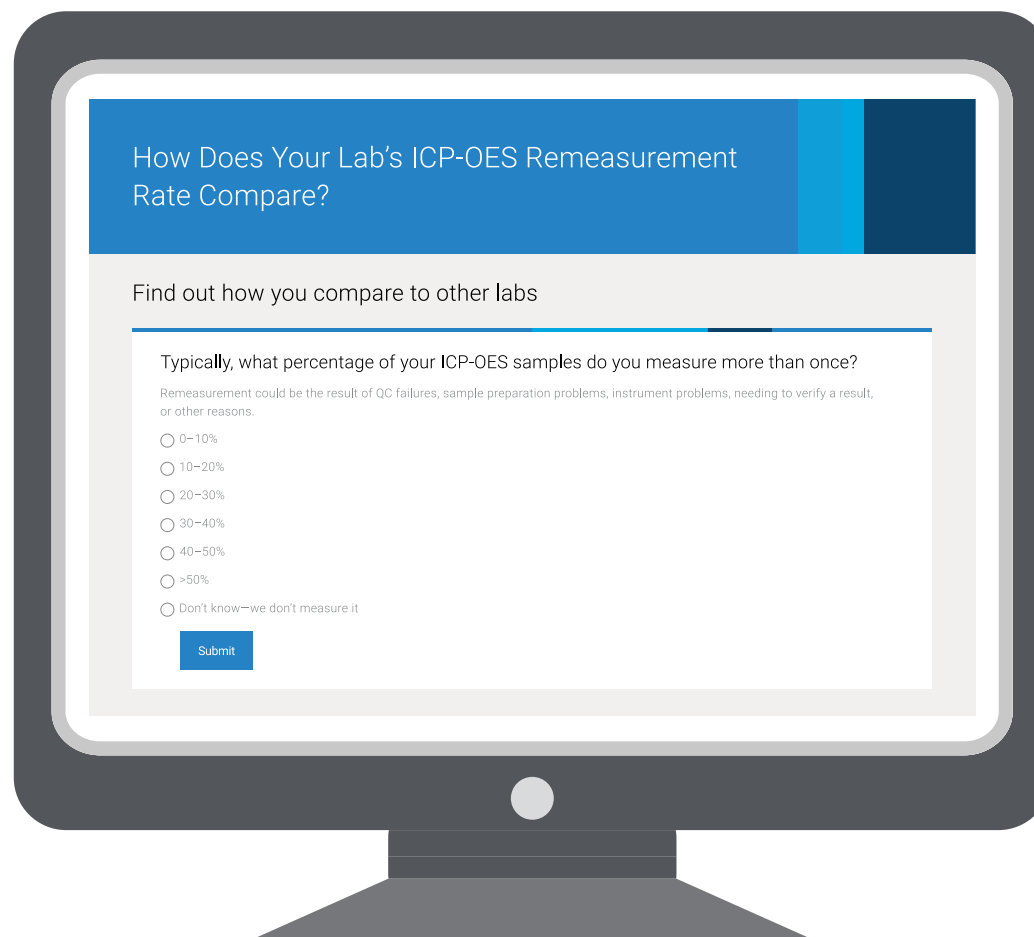
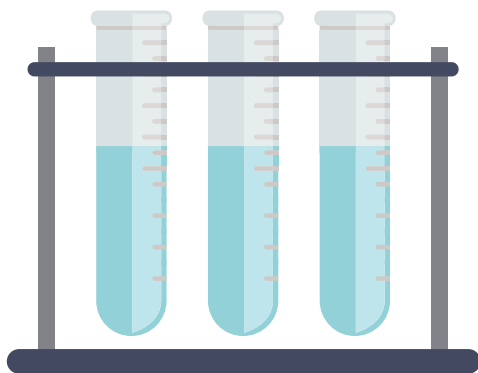


**Luca spesso perdeva tempo dovendo ripetere le misure sui campioni per il mancato superamento delle verifiche di QC o perché qualcos'altro andava storto.**

# Per quanti campioni i laboratori ripetono le misure?

In un sondaggio online condotto nel 2019, oltre 200 intervistati hanno rivelato la percentuale di campioni ICP-OES che misuravano più di una volta.

In base alle risposte fornite, in media la ripetizione delle misure interessava il 15% dei campioni. È interessante notare che oltre il 15% degli intervistati non misura il tasso di ripetizione delle misure e, di conseguenza, non è consapevole del tempo sprecato o dei costi che ne conseguono.



# Quanto costa ripetere le misure sui campioni ICP-OES?

La maggior parte dei laboratori è consapevole del costo dei tempi di inattività degli strumenti, quando i guasti o le attività di manutenzione programmata non permettono di analizzare i campioni. Cosa dire invece del costo associato alla necessità di misurare i campioni più di una volta?

L'esito negativo di un controllo qualità, mentre si usa un metodo regolamentato o sviluppato dal laboratorio, può significare dover ripetere la calibrazione, eseguire un controllo delle prestazioni dello strumento (IPC), acquisire un bianco e analizzare un'altra volta come minimo gli ultimi 10 campioni. Nel caso dei campioni più complessi, è probabile che ripetere l'acquisizione richieda una nuova digestione del campione oltre all'analisi ICP-OES.

## La ripetizione comporta vari tipi di costi:

### Costi evidenti:

Prodotti di consumo e forniture per laboratorio, inclusi argon, elettricità, reagenti  
Salari del personale

**“La maggior parte dei laboratori è consapevole del costo del fermo macchina. Cosa dire invece della necessità di rimisurare i campioni?”**

### Costi non così evidenti:

Mancate opportunità di analizzare altri campioni redditizi

Maggior rotazione del personale dovuta a insoddisfazione professionale e obbligo di straordinari

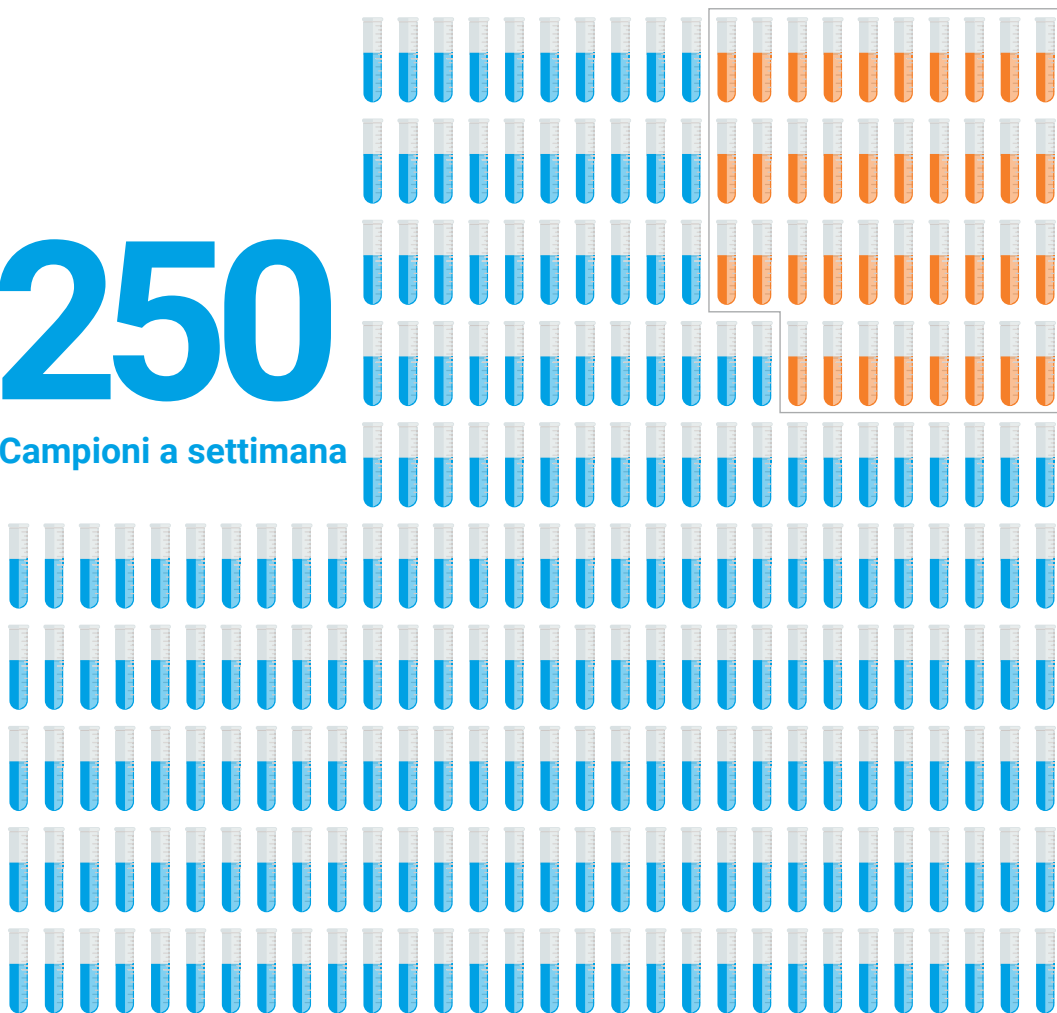
Perdita di reputazione o addirittura di clienti a causa di ritardi o errori nei risultati



# Calcolo delle conseguenze della ripetizione delle misure

# 250

Campioni a settimana



## 15%

deve essere rimisurato per una qualche ragione, in tutto 38 campioni a settimana.



durata tipica di una misura ICP-OES su un campione con uno strumento rapido.

38 campioni x 2,5 minuti fa



Nel corso di un anno equivale a 82 ore o due settimane lavorative!

L'esempio dimostra che ripetere le misure può avere costi davvero ingenti.

# Le cause comuni della ripetizione delle misure sui campioni e come evitarle

Molte sono le ragioni che possono costringere a ripetere una misura su un campione, per esempio uno scambio accidentale di campioni o qualcosa che è andato storto durante la misura. Potresti accorgerti di un problema soltanto dopo un errore riscontrato con una soluzione QC o se controllando i risultati noti qualcosa che non va. A prescindere dal motivo, rimisurare i campioni è stressante, costoso e dispendioso in termini di tempo.

In genere le cause della ripetizione delle misure rientrano in due categorie: **problemi correlati allo strumento** e **problemi correlati al campione**. Questi ultimi spaziano dalla digestione e preparazione del campione ai problemi associati alla matrice e allo scambio accidentale di campioni.

Nel seguito scoprirai come prevenire le cause più frequenti della necessità di ripetere le misure e imparerai a evitare gli sprechi di tempo.

## Soluzioni QC

Non hai dimestichezza con le soluzioni QC? Non conosci la differenza tra uno standard interno e una soluzione per il controllo delle prestazioni dello strumento? Le definizioni di questi termini si trovano a pagina 5 del metodo US EPA 200.7 disponibile [qui](#) e nel metodo US EPA 6010c disponibile [qui](#)



# Problemi correlati allo strumento

## 1. Ostruzioni del nebulizzatore

### Problema e cause

Le particelle molto piccole, seppur invisibili in una soluzione acquosa, possono comunque ostruire un nebulizzatore. Anche il deposito di particelle di sali sulla punta del nebulizzatore può dar luogo a ostruzioni. Entrambe le fonti di particelle possono ostruire parzialmente o completamente un tubo capillare sulla punta di un nebulizzatore concentrico in vetro. Queste ostruzioni provocano numerosi problemi di prestazioni che, inevitabilmente, si traducono nella necessità di rimisurare i campioni.

Un segno tipico di una parziale ostruzione del nebulizzatore è la deriva del risultato ottenuto con una soluzione di verifica di calibrazione continua (CCV). La soluzione CCV in genere viene monitorata periodicamente nel corso di un'analisi.

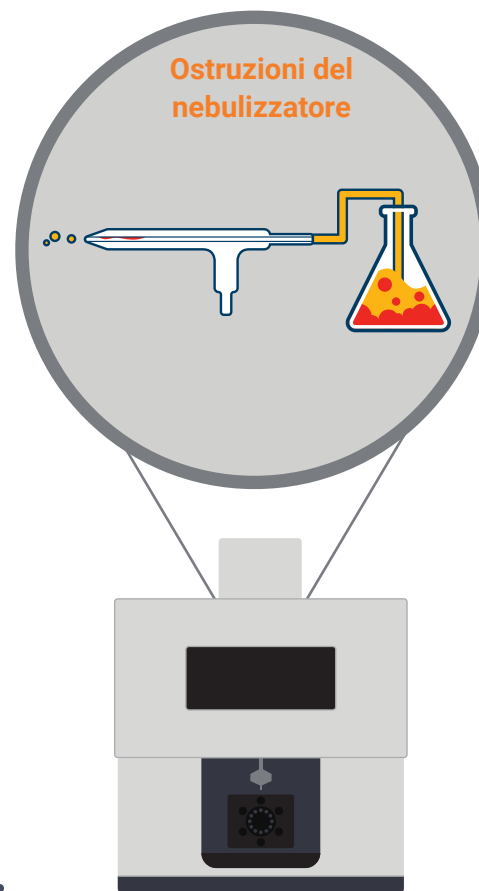
Una completa ostruzione del nebulizzatore causa la totale assenza di segnale ed è quindi facile da diagnosticare poiché non si otterrà alcun risultato.

Per evitare di dover misurare nuovamente i campioni a causa di un'ostruzione del nebulizzatore, osserva sia i risultati CCV sia quelli dei campioni nel corso di un'analisi.

### Cosa fare?

Se le ostruzioni del nebulizzatore sono frequenti, prendi in considerazione i seguenti interventi correttivi:

- Filtra o centrifuga i campioni
- Imposta la profondità della sonda dell'autocampionatore nella soluzione su un valore ridotto. Questa impostazione riduce al minimo la probabilità che particelle sul fondo della provetta siano risucchiate nella sonda.
- Sostituisci il tipo di nebulizzatore in uso con uno a diametro interno più ampio sulla linea di campionamento.
- Usa un umidificatore argon per mantenere umida la punta del nebulizzatore. La punta umida evita il deposito di solidi sull'estremità del nebulizzatore. Si riducono anche le ostruzioni dovute a soluzioni ad alto tenore percentuale di solidi disciolti totali (TDS).



## 2. Problemi con la torcia

### Problema e cause

La ripetizione delle misure sui campioni può essere causata da problemi derivanti da una manutenzione inadeguata della torcia dello strumento. L'aspirazione di matrici di campioni ad alta concentrazione, per esempio soluzioni a 100 g/L, può portare alla formazione di depositi cristallini nell'iniettore della torcia. Questi depositi possono ostruire in parte l'iniettore a torcia e ridurre l'intensità del segnale. Se si monitorano varie soluzioni QC, una deriva verso il basso del segnale è indice della possibile ostruzione della torcia.

Tipologie diverse di controllo qualità possono rilevare la deriva del segnale come segue:

- Il monitoraggio frequente di un materiale di riferimento certificato (CRM), incluso in una soluzione QC di campione di controllo del laboratorio, evidenzierà un calo nei recuperi. La deriva del segnale può essere osservata anche come un calo nel rapporto dello standard interno.

- Anche uno scarso (basso) recupero per le soluzioni di verifica del controllo della qualità, quali le soluzioni di verifica di calibrazione continua (CCV), è indice della deriva del segnale.

### Cosa fare?

Se lo strumento non genera più le stesse letture per le soluzioni di calibrazione, è presente una deriva ed è probabile che vi sia un'ostruzione. Questo problema si verifica con la più alta frequenza nel caso delle torce orizzontali. Le torce verticali ne sono meno colpite. L'uso di una torcia con un iniettore a diametro più ampio può prevenire le ostruzioni.

Eseguito all'inizio di ogni giornata test automatizzati delle prestazioni dello strumento, che danno un'indicazione di superamento o non superamento rispetto ai valori definiti dal produttore, è possibile mettere in luce eventuali problemi di sensibilità. Un test di sensibilità superato utilizzando la soluzione giusta indica che la torcia è pulita ed è stata assemblata e installata correttamente.

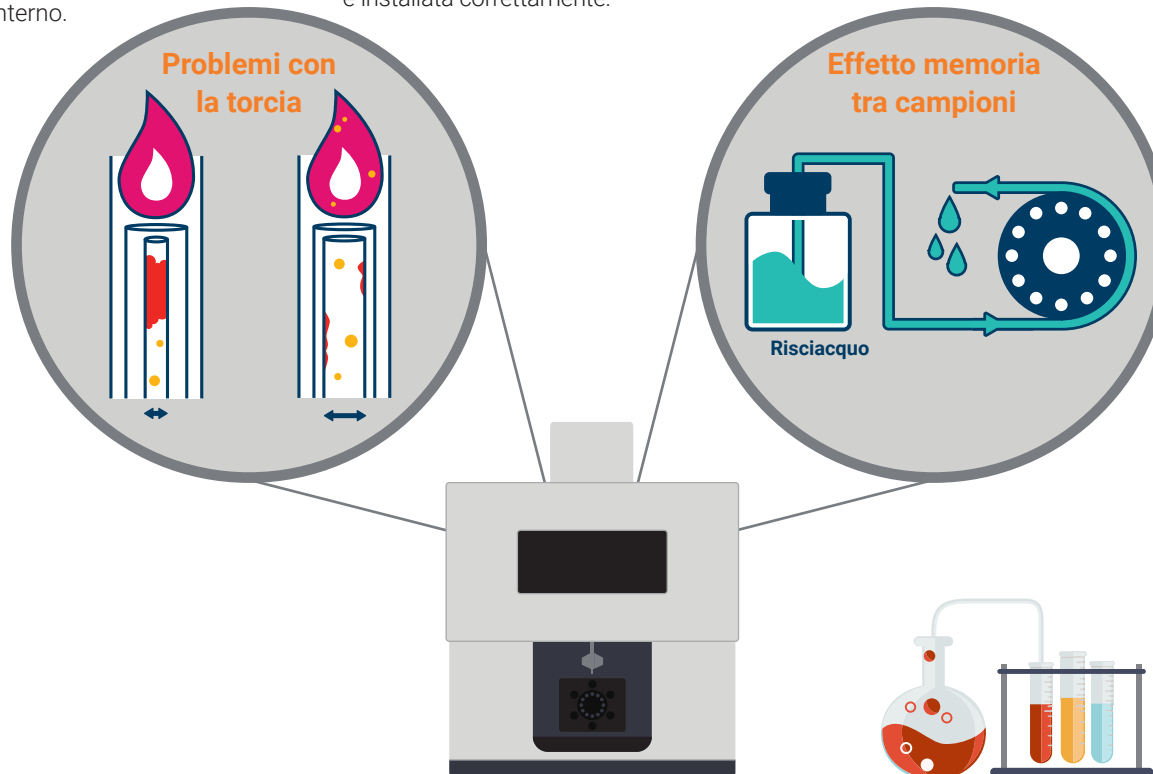
## 3. Effetto memoria tra campioni

### Problema e cause

Un campione a matrice inaspettatamente elevata nel lotto di campioni può contaminare il campione successivo a causa dell'effetto memoria da elementi ad alto assorbimento o "aderenti", per esempio B, Mo e W. Questo tipo di contaminazione può dar luogo a risultati erroneamente elevati.

### Cosa fare?

Il monitoraggio periodico di un bianco per calibrazione continua nel corso dell'analisi aiuta ad individuare fenomeni inattesi di contaminazione da effetto memoria. Tuttavia, la probabilità che questo approccio identifichi tutti i problemi causati dall'effetto memoria è bassa a meno che non sia incluso nella sequenza con un'alta frequenza. Il ricorso a un risciacquo di durata determinata automaticamente protegge dalla contaminazione da effetto memoria per ogni campione.



#### 4. Lo strumento è fuori specifica

##### Problema e cause

Il guasto di uno strumento o di una fornitura (per esempio dell'argon o dell'acqua refrigerata) compromette le prestazioni analitiche. Questa circostanza può avere ripercussioni sulla sensibilità dei risultati, sulla precisione, sul range dinamico lineare così come su altri aspetti delle prestazioni.

Questi problemi possono essere di difficile risoluzione. Potresti essere costretto a ripetere le misure su molti campioni prima di scoprire la causa del problema.

##### Cosa fare?

Per evitare di dover rimisurare i campioni a causa di problemi strumentali, esegui sempre un test automatizzato delle prestazioni dello strumento a inizio giornata prima delle analisi.

#### 5. Impostazioni errate del metodo

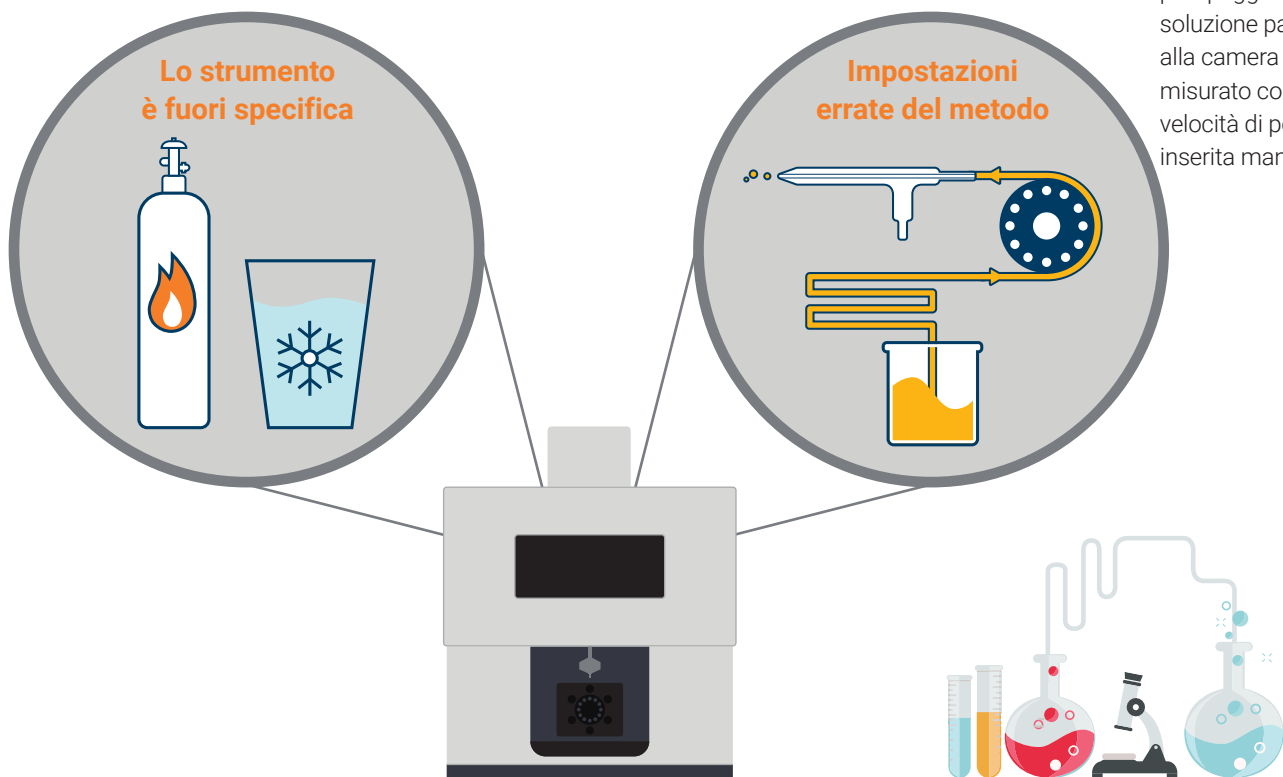
##### Problema e cause

Le impostazioni del metodo strumentale, per esempio flussi di gas, potenza RF, velocità di pompaggio e tempo di ritardo, possono avere un effetto molto significativo sui risultati. Ad esempio, potenza RF e flussi di argon inadeguati nel plasma determinano una temperatura inadeguata del plasma. Non tutti gli atomi e ioni del campione verranno eccitati, con il risultato che emissione e sensibilità si riducono. Ciò incide negativamente sulla precisione degli analiti a livello di tracce. Talvolta la precisione non rientrerà nella soglia del laboratorio; in questo caso sarà necessario ripetere la misura sui campioni, con conseguente spreco di tempo.

##### Cosa fare?

Per evitare che si verifichino situazioni del genere, analizza un materiale di riferimento certificato (CRM) introdotto nella sequenza come campione di controllo del laboratorio (LCS). Nell'ambito del processo di sviluppo di metodi, dovresti sempre cercare di includere un CRM avente una matrice simile a quella dei campioni che analizzi. Quando misuri il CRM, dovresti cercare di ottenere buoni livelli di recupero ai livelli di tracce (nell'ipotesi che i livelli di tracce rientrino nella specifica del produttore dello strumento in uso). Se non riesci a ottenere buoni livelli di recupero ai livelli di tracce, dovrai ottimizzare ulteriormente il metodo.

Le impostazioni di velocità di pompaggio del campione o tempo di ritardo del metodo possono essere valutate monitorando la precisione ottenuta con una soluzione QC. Testa entrambe le impostazioni prima di avviare un'analisi. Per testare se la velocità di pompaggio e il ritardo del prelievo sono corretti, avvia manualmente l'alta velocità di pompaggio e misura il tempo necessario affinché la soluzione passi dalla provetta dell'autocampionatore alla camera di nebulizzazione. L'arco di tempo misurato corrisponde al ritardo del prelievo. L'alta velocità di pompaggio dovrebbe anche essere inserita manualmente nel metodo.



## 6. Finestre pre-ottica sporche

### Problema e cause

Le finestre pre-ottica sono le finestre in vetro poste tra la camera della torcia e la camera in cui sono alloggiati i componenti ottici dello strumento. All'accumularsi di contaminazione sulle finestre, si riduce la quantità di luce emessa che entra nel sistema ottico e raggiunge il rivelatore. La presenza di finestre pre-ottica sporche provoca una riduzione della sensibilità.

Una sensibilità ridotta si traduce in scarsa precisione, che può comportare la necessità di ripetere le misure sui campioni, in particolare per quelli che contengono analiti a livello di tracce. Il monitoraggio della precisione dei risultati dei campioni per QC permette di individuare questo problema. Esistono tuttavia svariati problemi legati alle prestazioni analitiche che determinano una scarsa precisione dei risultati. Per questa ragione è difficile puntare il dito su un'unica causa.

### Cosa fare?

Dovresti includere la pulizia delle finestre pre-ottica nel programma di manutenzione periodico dello strumento. Anche eseguendo ogni giorno i test automatizzati delle prestazioni dello strumento è possibile evidenziare eventuali perdite di sensibilità dello strumento.

## 7. Problemi coi tubi del campione – collegamenti soggetti a perdite, bolle o tensione non corretta

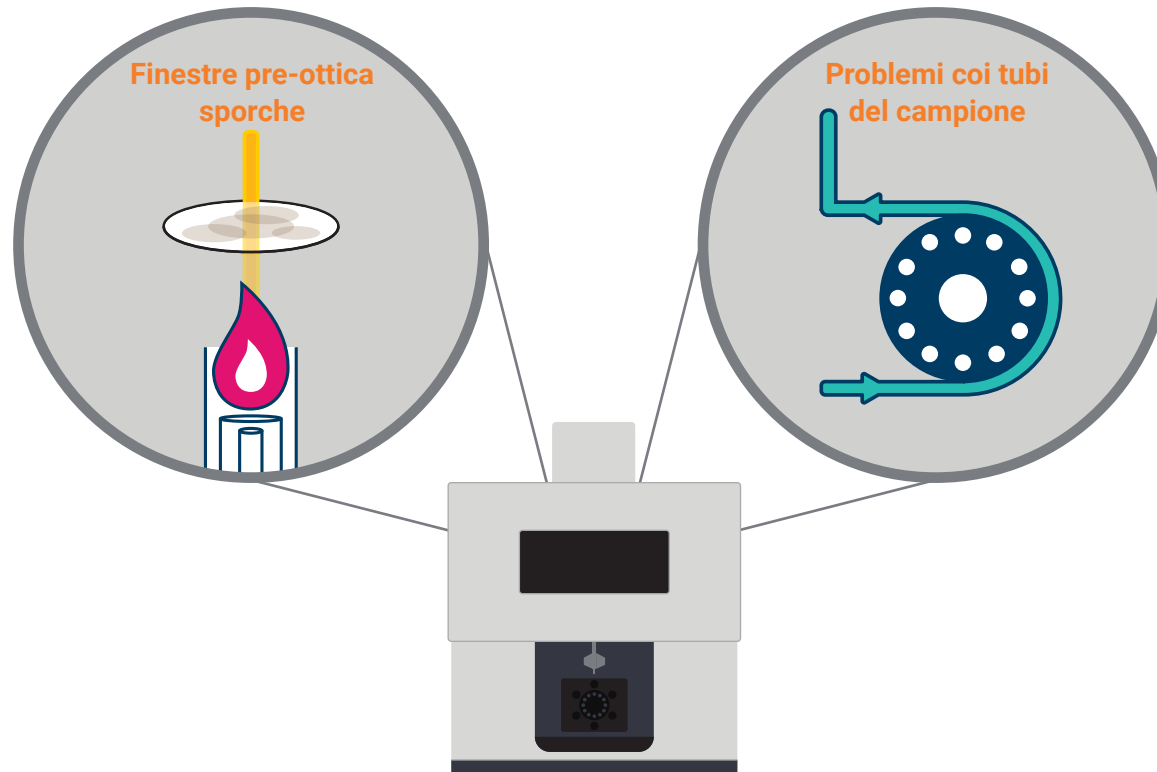
### Problema e cause

I tubi della pompa peristaltica usurati, che perdono o sono regolati male provocano una scarsa precisione dei risultati. La precisione può essere monitorata tramite le soluzioni QC che però sono spesso separate di 30-40 minuti l'una dall'altra. Attendere il risultato negativo di una soluzione QC per risolvere un problema ti fa sprecare tempo prezioso, perché noterai l'errore solo dopo 30-40 minuti.

### Cosa fare?

La manutenzione ordinaria periodica previene il verificarsi di problemi dei tubi della pompa peristaltica. È importante controllare l'elasticità, la rotondità, il collegamento e la tensione del tubo all'inizio di ogni giornata o secondo i tempi dettati dalla procedura operativa standard in uso. Anche ricordarsi di sbloccare il tubo della pompa peristaltica a fine giornata ne prolunga la durata. Questi controlli possono ridurre il rischio di dover rimisurare i campioni a causa di problemi coi tubi della pompa. Eviterai inoltre di sprecare tempo nell'attesa che i tubi nuovi della pompa si assestino.

Vale quanto osservato in precedenza: eseguendo ogni giorno prima dell'inizio delle analisi i test automatizzati delle prestazioni dello strumento è possibile stabilire se la precisione dei risultati soddisfa le specifiche del produttore.



## 8. Camera di nebulizzazione sporca o contaminata

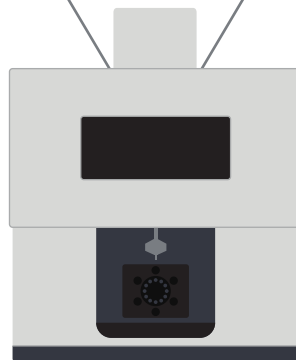
### Problema e cause

Una camera di nebulizzazione sporca o contaminata determina un drenaggio inadeguato e un'aspirazione non omogenea dell'aerosol fino al plasma. Per evidenziare questo problema, osserva come la soluzione scorre all'interno della camera di nebulizzazione. Il liquido dovrebbe scendere lungo la camera di nebulizzazione come una pellicola uniforme. Se anziché una pellicola si formano delle goccioline, la camera di nebulizzazione è sporca.

Un drenaggio inadeguato da una camera di nebulizzazione sporca dà luogo a una scarsa precisione. Per monitorare la precisione è possibile impiegare una soluzione QC o uno standard interno. Il problema è che le soluzioni QC sono spesso separate di 30 minuti l'una dall'altra. Se il risultato di una soluzione QC non identifica il problema, avrai sprecato 30 minuti.

### Cosa fare?

Includi la pulizia della camera di nebulizzazione nella manutenzione ordinaria. Dovresti anche eseguire i test automatizzati delle prestazioni dello strumento all'inizio di ogni giornata. Questa operazione permette di stabilire se la precisione dei risultati soddisfa la specifica del produttore.



### Come pulire una camera di nebulizzazione

Questo video fornisce informazioni sulla scelta e sulla pulizia delle camere di nebulizzazione ICP-OES

[www.agilent.com/en/video/spraychamber](http://www.agilent.com/en/video/spraychamber)



# Problemi correlati al campione

## 1. Interferenze spettrali

### Problema e cause

L'intervallo di lunghezze d'onda di uno strumento ICP-OES contiene decine di migliaia di linee di emissione ionica e atomica elementare. L'emissione da parte di elementi diversi da quelli per i quali esegui l'analisi talvolta può generare risultati erroneamente elevati. Si tratta di un fenomeno che si verifica spesso quando hai a che fare con un campione completamente incognito. Un campione del genere potrebbe contenere una serie di elementi "nascosti" che possono sovrapporsi alle linee di emissione degli elementi che stai misurando. Inoltre gli elementi che misuri potrebbero essere presenti in concentrazioni inaspettatamente alte, cosa che genera interferenza. L'interferenza si ripercuoterà sui risultati.

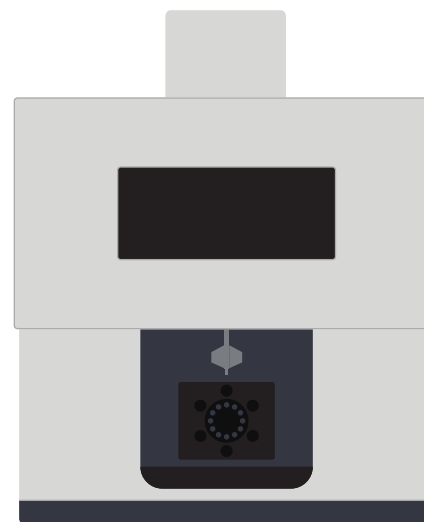
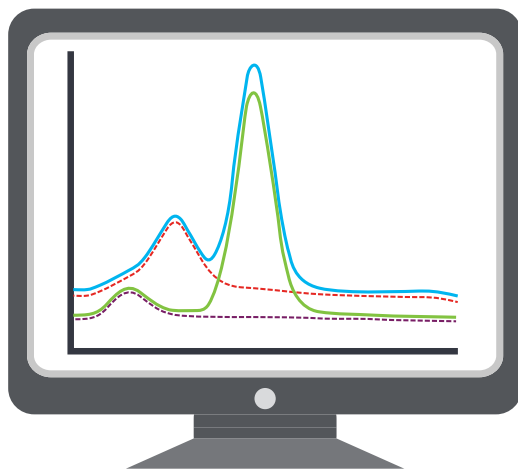
### Cosa fare?

Adotta gli approcci descritti di seguito per evitare che le interferenze spettrali creino problemi coi risultati.

- Se non conosci il contenuto di un campione, scegli più linee di emissione per ogni elemento che desideri misurare. Questo semplice accorgimento è un ottimo modo per integrare un controllo qualità mirato a identificare ed evitare le interferenze. Quando ottieni i risultati della concentrazione per più lunghezze d'onda dello stesso elemento, verifica che ogni linea di emissione dell'elemento in questione fornisca lo stesso risultato. Un'interferenza spettrale incognita può produrre un risultato erroneamente elevato. Qualsiasi valore anomalo nei risultati dovrebbe essere scartato. Tra le lunghezze d'onda con lo stesso risultato, scegli il valore

dalla lunghezza d'onda con le migliori prestazioni analitiche. Le prestazioni analitiche sono indicate dalla precisione (ossia un basso valore RSD %), dalla sensibilità (ossia SRBR massimizzato) e dall'assenza di evidenti interferenze spettrali che formano spalle (ossia i picchi dello spettro hanno una forma gaussiana uniforme).

- Se sospetti la presenza di problemi di interferenza spettrale e sai quali elementi la provocano, prepara soluzioni e sviluppa fattori di correzione inter elementare (IEC) per compensare l'interferenza.
- Una semplice alternativa allo sviluppo di fattori IEC consiste nell'elaborare modelli di deconvoluzione spettrale. Consulta la guida in linea del software ICP-OES per ottenere indicazioni a tale proposito.



## 2. Problemi di calibrazione

### Problema e cause

La preparazione manuale degli standard di calibrazione può introdurre errori. Questi errori provocano l'elaborazione di regressioni lineari non corrette e, di conseguenza, errori di calcolo della concentrazione dei campioni incogniti. Alcune delle cause degli errori di calibrazione sono riconducibili ai seguenti problemi:

- Pipette fuori calibrazione
- Parti in vetro contaminate a causa di procedure di pulizia/ammollo inadeguate
- Contaminazione incrociata delle soluzioni stock in seguito a pipettatura direttamente dal recipiente. Decanta sempre in una provetta separata e smaltisci la soluzione stock inutilizzata
- Scelta accidentale della soluzione stock sbagliata durante la preparazione di uno standard multi-elemento da soluzioni stock a singolo elemento
- Assenza o raddoppio di un elemento obbligatorio in uno standard multi-elemento
- Soluzioni stock che hanno superato la rispettiva data di scadenza
- Degradazione delle soluzioni stock o degli standard in seguito a conservazione non corretta
- Reagenti di scarsa qualità
- Uso dell'acido errato per la stabilizzazione

### Cosa fare?

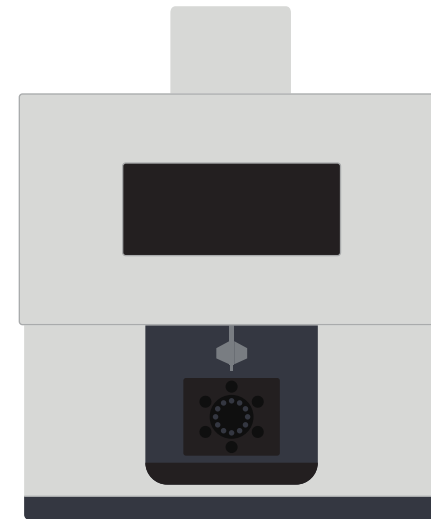
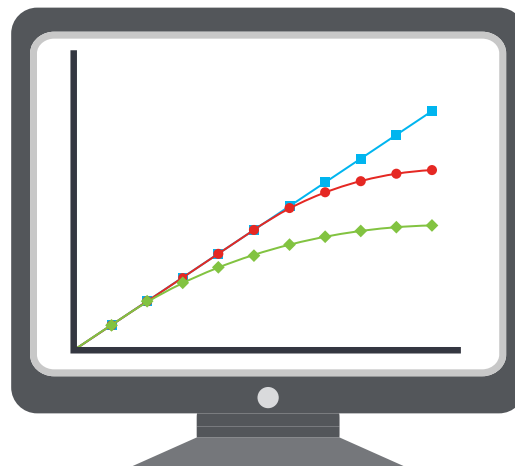
Per garantire l'accuratezza delle calibrazioni, prova ad adottare i seguenti accorgimenti:

- Controlla sempre l'accuratezza degli standard di calibrazione misurando uno standard di verifica della calibrazione iniziale preparato da una soluzione stock di un altro fornitore.
- Quando prepari standard multi-elemento da soluzioni stock a singolo elemento, controlla sempre i livelli di contaminazione indicati nel certificato di analisi (CoA) per assicurarti che siano trascurabili.
- È consigliato l'uso di standard qualitativi ICP. Evita gli standard per spettroscopia ad assorbimento atomico in quanto spesso contengono livelli più elevati di contaminazione e possono essere stati preparati da sali incompatibili con altri elementi.
- Gli standard di calibrazione contenenti gli elementi Mo, Ti, Sb e Sn dovrebbero venir preparati con maggior frequenza se la preparazione avviene in una matrice di acido nitrico diluito. Questa prassi è consigliata a causa della loro minore stabilità.

- Usa un'interpolazione di calibrazione ponderata per migliorare l'accuratezza alle basse concentrazioni di analiti, in particolare se la misura abbraccia un ampio intervallo di concentrazione.

L'adozione documentata di una procedura operativa standard (SOP) per il laboratorio può essere di ausilio nella prevenzione di molti dei problemi associati all'errata preparazione delle soluzioni di calibrazione. Per risolvere i problemi di calibrazione è possibile tra l'altro:

- Assegnare a ogni pipetta un codice numerico di riferimento, mantenendo un record elettronico delle date di ricalibrazione. A ogni pipetta dovrebbe essere apposta un'etichetta recante la data della ricalibrazione.
- Assicurarsi che il laboratorio segua un rigoroso e comprovato protocollo di pulizia delle parti in vetro dopo l'uso.
- Usare standard multi-elemento per la preparazione delle soluzioni di calibrazione.
- Registrare elettronicamente la data di scadenza delle soluzioni stock in modo che i sistemi della qualità del laboratorio ne attivino lo smaltimento una volta superata la data di scadenza.



### 3. Contaminazione del bianco, degli standard e dei campioni

#### Problema e cause

Un indicatore della contaminazione chimica del bianco, degli standard e dei campioni è il readback QC non corretto del bianco reagente di laboratorio preparato in maniera identica. Altri indicatori sono i risultati inadeguati di un campione di controllo del laboratorio (LCS) o un confronto insoddisfacente con un duplicato di matrice arricchita (MSD).

La contaminazione può essere dovuta a svariate ragioni:

- Procedure di campionamento inadeguate
- Reagenti contaminati
- Pulizia inadeguata dei recipienti di digestione e conservazione
- Purificatore dell'acqua di laboratorio difettoso.

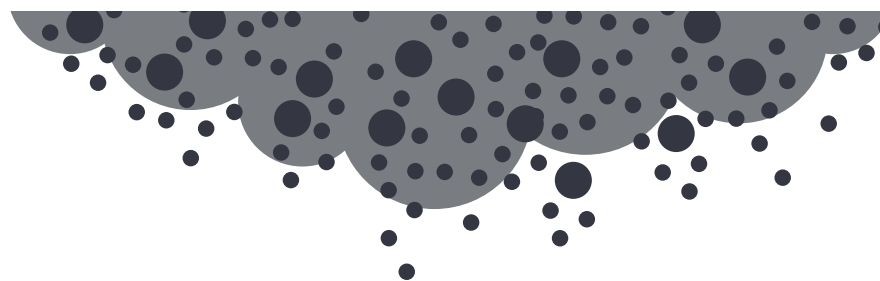
È comune anche che si abbia effetto memoria tra campioni successivi nel sistema di introduzione del campione dello strumento. L'effetto memoria si manifesta quando un campione contiene un'alta concentrazione di un elemento assorbente. In questo caso, osserverai risultati erroneamente elevati, inaccuratezza e scarsa precisione. Otterrai conteggi di emissione elevati per il primo replicato e conteggi decrescenti per il secondo, prima che il segnale si stabilizzi.

#### Cosa fare?

Per circoscrivere più facilmente un problema di contaminazione, acquisisci periodicamente duplicati di digestione dei campioni preparati secondo la procedura completa al fine di individuare la contaminazione. Puoi anche controllare l'intensità della soluzione di bianco e confrontarne il valore con quello di una soluzione di bianco acquisita in un'analisi precedente. Se le letture sono troppo alte, sostituisci la soluzione di bianco in quanto è probabile che sia contaminata.

Se la contaminazione di un campione è dovuta all'effetto memoria di un campione precedente, incrementa la durata del risciacquo tra i campioni.

Per prevenire la contaminazione, assicurati che le SOP del laboratorio includano istruzioni su come raccogliere e preparare i campioni e sulla pulizia dei materiali da laboratorio. A quel punto devi solo assicurarti che le SOP siano rispettate!



## 4. Preparazione del campione e scambi accidentali

### Problema e cause

La preparazione non corretta di un campione genera risultati errati. Potresti aver dimenticato di aggiungere uno degli acidi prima della digestione. Per esempio, quando cerchi di eseguire la digestione dei metalli del gruppo del platino sono necessari sia l'HCl sia l'HNO<sub>3</sub>. Potresti anche aver usato un acido chimicamente incompatibile con gli elementi che desideri analizzare. Per esempio, l'aggiunta di H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a un campione nel quale cerchi Ba o Pb provoca la precipitazione dalla soluzione di questi due elementi.

### Cosa fare?

Per individuare i problemi di preparazione del campione, includi sempre in ogni analisi un campione di controllo del laboratorio (LCS) avente una matrice simile a quella dei campioni di interesse. Assicurati che il materiale di riferimento certificato sia preparato nello stesso modo dei campioni. Disporrai così di un campione a concentrazione nota che puoi sfruttare per rilevare eventuali problemi nella preparazione del campione.

**Suggerimento:**  
se la procedura di digestione del campione prevede l'uso di HCl, includi il cloro nel metodo ICP. Ciò ti aiuterà a risolvere eventuali problemi: il Cl non viene rilevato? Qualcuno si è dimenticato di aggiungere l'HCl durante la preparazione del campione.



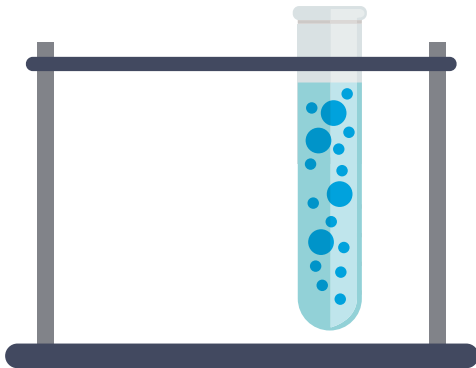
## 5. Campioni a matrice elevata

### Problema e cause

Se il campione contiene numerosi elementi, ciascuno a una diversa concentrazione, possono verificarsi alcune interazioni complesse. In questo caso possono avere luogo fenomeni di soppressione o incremento dei risultati. Per esempio, concentrazioni elevate di elementi facilmente ionizzabili (EIE), come i metalli alcalini Na e K e persino gli elementi alcalino-terrosi Ca e Mg, possono incrementare o sopprimere i risultati di altri analiti.

Pertanto, prima di un'analisi è importante identificare rapidamente la presenza e concentrazione approssimata dei metalli alcalini o di elementi alcalino-terrosi in campioni incogniti. Questo passaggio ti permette di implementare strategie per tener conto di differenze nelle concentrazioni.

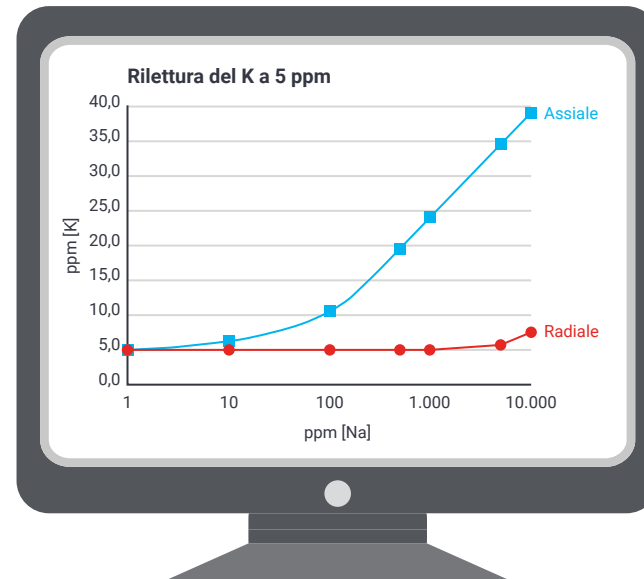
Scarsi recuperi da duplicati di matrici arricchite sono un buon modo per identificare l'eventuale presenza di un'interferenza EIE. Per la maggior parte degli analiti, la conseguenza dell'interferenza EIE è la soppressione del risultato. Nel caso dei metalli alcalini e degli elementi alcalino-terrosi, i risultati saranno più alti del dovuto.



### Cosa fare?

Tra le strategie per evitare gli effetti degli EIE si annoverano:

- Inclusione di un elemento come standard interno e attivazione della correzione con standard interno
- La semplice diluizione del campione può essere sufficiente a ottenere nuovamente buoni recuperi. Questo suggerimento vale nell'ipotesi che gli elementi di interesse non vengano diluiti oltre il limite di rilevabilità del metodo strumentale (MDL)
- Abbinamento alla matrice tra gli standard di calibrazione e la matrice nei campioni. Questo metodo non è sempre facile da mettere in pratica se i campioni sono completamente incogniti
- Misura il campione usando una visione radiale del plasma



All'aumentare della concentrazione di Na nel campione, il recupero di K può peggiorare. L'effetto è pronunciato se il plasma è visualizzato in modalità di visione assiale.

## 6. Campioni fuori scala

### Problema e cause

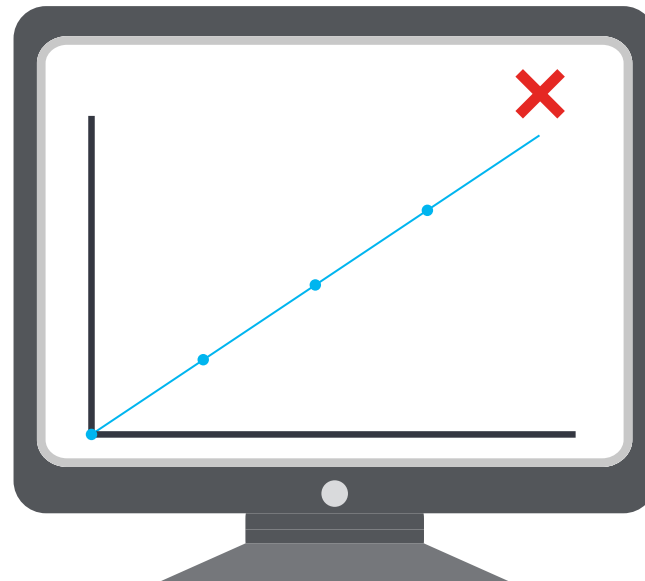
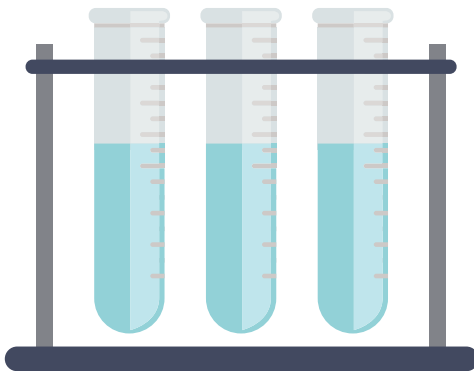
Una concentrazione inaspettatamente alta degli analiti può far sì che la concentrazione misurata di un campione non rientri nell'intervallo di calibrazione. Si tratta di una causa frequente della ripetizione delle misure su un campione. È facilmente individuabile tra i risultati in quanto compare un contrassegno di errore, a indicare che il risultato non rientra nell'intervallo di calibrazione. Non dovresti riportare un risultato che si trova al di fuori dell'intervallo calibrato senza verificare la linearità della calibrazione nella regione della concentrazione fuori scala.

Per risolvere l'errore, puoi semplicemente diluire o aggiungere uno standard extra come campione e controllare la linearità. Quando esegui la diluizione, presta attenzione a non introdurre contaminazione.

### Cosa fare?

Esistono dei semplici accorgimenti che permettono di evitare immediatamente i problemi associati alle concentrazioni fuori scala.

- I moderni strumenti ICP-OES offrono un insieme molto nutrito di lunghezze d'onda da monitorare. Puoi selezionare più linee di emissione per gli elementi che misuri. Alcune saranno altamente sensibili e altre meno. Se alcune lunghezze d'onda generano un avviso di fuori scala, puoi semplicemente passare a una linea meno sensibile per l'analita in questione ed evitare la necessità di diluire.
- Se non desideri usare una lunghezza d'onda alternativa meno sensibile, utilizza un diluitore automatico integrato nel software ICP-OES. In tal modo qualsiasi campione fuori scala verrà diluito automaticamente.
- Misura i campioni ad alta concentrazione usando una visione radiale del plasma.



Maggiori informazioni:

**[www.agilent.com/chem/](http://www.agilent.com/chem/)**

Acquista online:

**[www.agilent.com/chem/store](http://www.agilent.com/chem/store)**

Ottieni risposte alle tue domande di natura tecnica  
e accedi alle risorse nell'Agilent Community:

**[community.agilent.com](http://community.agilent.com)**

Italia

**numero verde 800 012 575**

**[customercare\\_italy@agilent.com](mailto:customercare_italy@agilent.com)**

Europa

**[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)**

Asia Pacifico

**[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)**

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Pubblicato negli Stati Uniti, martedì 24 settembre 2019  
5994-1263ITE

