Agilent

Trusted Answers

Vermeidung häufiger Probleme mit ICP-OES-Geräten

Tipps und Ratschläge von einem ICP-OES-Experten zur Vermeidung von zeitintensiven Wiederholungsmessungen von Proben





Unsere Servicedaten zeigen, dass bis zu 30 % der ICP-OES-Serviceeinsätze unnötig sind. Der Gerätenutzer hätte das Problem vermeiden können, hätte er gewusst, wie.

Ersparen Sie sich die Zeit und den Aufwand eines Serviceeinsatzes. Lesen Sie dieses eBook, das die häufigsten Probleme mit Geräten erläutert und wie diese vermieden werden können. Intelligente Gerätefunktionen, proaktive Wartung und das Wissen, worauf man achten muss, ersparen viel Mühe.

Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) ist eine etablierte Technik zur Messung von Elementen in Lösung. Die ICP-OES wird in den Bereichen Bergbau, Lebensmittel, Landwirtschaft, Energie, Chemie, Umweltüberwachung und Pharmazie eingesetzt. Die Technik liefert empfindliche, präzise und genaue Messungen der Konzentration von Elementen in unterschiedlichsten Probentypen. Von der Analyse von Schlämmen und Sedimenten bis zu Trinkwasser und Wein: Die ICP-OES ist schnell und zuverlässig.

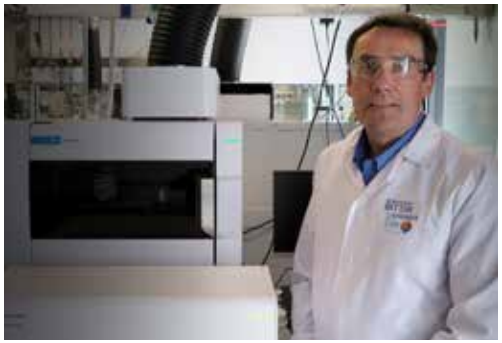
Die Technik ist dabei nur eine von mehreren Elementspektroskopie-Techniken, die Agilent anbietet. Die Ursprünge der Elementspektroskopie liegen in der Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS), die in den 1950er Jahren erfunden wurde und bis heute in vielen Laboren angewandt wird. Am anderen Ende des Methodenspektrums gibt es die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS). Diese Technik ist für ihre hohe Empfindlichkeit bekannt und kann Elemente im ppt-Bereich messen.

Obwohl das einfache Lambert-Beersche Gesetz im Zentrum aller Elementspektroskopie-Techniken steht, ist es für die meisten dieser Techniken erforderlich, ein gewisses Maß an Wissen und Erfahrung zu haben, um genaue und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Da die Geräte immer ausgeklügelter werden, reduziert sich dieses Maß an Fachwissen, das zur Durchführung der Analysen erforderlich ist.

Moderne Fahrzeuge haben einen ganz ähnlichen Entwicklungsweg eingeschlagen. Funktionen wie das Antiblockiersystem, Fahrerassistenzsysteme und eine Vielzahl an Überwachungssystemen haben das Maß an erforderlichem Wissen und Fähigkeiten eines Fahrers reduziert. Kaum ein Mensch hat mehr einen Werkzeugkasten für eventuelle Reparaturen am Straßenrand im Fahrzeug mit dabei, wie dies im 20. Jahrhundert der Fall war. Auf ähnliche Weise bieten aktuelle ICP-OES-Geräte eine Reihe von intelligenten Funktionen, die den Analytiker bei der Identifizierung und Überwindung von Problemen unterstützen. Der Analytiker kann dann entsprechende Maßnahmen ergreifen, um Wiederholungsmessungen von Proben zu vermeiden.

ICP-OES-Probleme können in zwei Bereiche eingeteilt werden:

1. Probleme, die mit den Eigenschaften der Probe in Verbindung stehen, und Fehler, die bei der Probenvorbereitung und der Messung gemacht werden, sowie
2. Probleme aufgrund von Gerätefehlern.



In diesem eBook erläutert Ross Ashdown, ICP-OES Marketing Manager bei Agilent Technologies, wie ein Labor Probleme bei der ICP-OES, die mit Geräten in Verbindung stehen, umgehen kann. Mithilfe von Qualitätskontrollmethoden und durch Fortschritte in der ICP-OES-Gerätetechnik können Analytiker die Notwendigkeit von Wiederholungsmessungen von Proben vermeiden und sicher sein, dass sie bei der ersten Messung das richtige Ergebnis erhalten.

F:

Verstopfungen am Zerstäuber bereiten häufig Probleme bei Techniken, die flüssige Proben ansaugen. Kann man Blockagen vermeiden oder erkennen?

A:

Wässrige Lösungen können feine Partikel enthalten, die für das menschliche Auge praktisch unsichtbar sind. Diese Partikel können die kleine Kapillare an der Spitze des konzentrischen Glaszerstäubers teilweise oder ganz blockieren. 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 geringe Wiederfindung für einen Standard zur kontinuierlichen Kalibrierungsüberprüfung (CCV). Die CCV-Lösung wird normalerweise regelmäßig während der Analyse überwacht. Die CCV-Probe wird nur alle 20 bis 30 Proben gemessen. Besteht sie die Überprüfung nicht, müssen alle 20 bis 30 Proben, die vor der unzureichenden QK-Probe gemessen wurden, erneut gemessen werden.

Eine vollständige Verstopfung am Zerstäuber führt dazu, dass es gar kein Signal gibt. Dies ist also einfach zu diagnostizieren, da alle Ergebnisse, einschließlich des internen Standards, nur ein geringes oder gar kein Emissionssignal zeigen.



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

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 in die Probe auf einen deutlichen Abstand zum Gefäßboden, um die Wahrscheinlichkeit zu minimieren, dass Partikel vom Gefäßboden in die Sonde gesaugt werden.
- Austausch der Art des Zerstäubers, den Sie benutzen: Verwendung eines Zerstäubers mit größerem Innendurchmesser für die Probenleitung, der nicht so leicht verstopft.
- Verwendung eines Schaltventils zur Reduzierung der Verweilzeit der Probe im Probenaufgabesystem und Verlängerung der Spülzeit ohne Verlängerung der Analysendauer der Probe. Damit werden Blockagen weniger wahrscheinlich.
- Verwendung eines Argon-Befeuchters, um die Spitze des Zerstäubers feucht zu halten. Dadurch ist eine Ablagerung von Feststoffen an der Spitze des Zerstäubers weniger wahrscheinlich. Dies reduziert die Blockagen durch Lösungen mit hoher Salzfracht.

Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte verfügen über eine „Neb Alert"-Funktion, die darauf aufmerksam macht, wenn der Zerstäuber-Rückdruck sich ändert. Eine Erhöhung des Drucks weist unter Umständen darauf hin, dass eine Blockage entsteht, während eine Verringerung des Drucks durch eine undichte Verbindung verursacht werden kann. Sobald der Schwellenwert für einen vordefinierten Rückdruck erreicht ist, weist eine Alarmmeldung auf dem Bildschirm auf das Problem hin. Die Analyse kann automatisch gestoppt werden, sodass das Problem behoben werden kann, bevor die Qualität der Probenanalyse beeinträchtigt wird.

Jeder Zerstäubertyp arbeitet bei einem geringfügig anderen Rückdruck. Daher kann der Schwellenwert für die Alarmmeldung jeweils passend zum Zerstäubertyp eingestellt werden. Um einen Überblick darüber zu erhalten, welcher Wert für den verwendeten Zerstäuber „normal" ist, können Sie die Darstellung des Zerstäuber-Rückdrucks auf der Analysenseite konsultieren oder die separate Zerstäuber-Testfunktion der Agilent ICP Expert-Software verwenden.



Die „Neb Alert"-Funktion der Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte macht darauf aufmerksam, wenn der Zerstäuber-Rückdruck sich ändert und weist auf eine Blockage oder eine Leckage hin.

F:

Wie sieht es mit anderen Teilen des Probenaufgabesystems wie der Plasmafackel aus? Wie tragen sie zu Ausfallzeiten bei und wie kann dies vermieden werden?

A:

Die Plasmafackel ist eine weitere Komponente, die extremen Bedingungen ausgesetzt ist. 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 fälschlicherweise reduzierten Signal führen.

Werden verschiedene QK-Lösungen überwacht, zeigt eine Abwärtsdrift des Signals eine mögliche Blockage der Fackel an. Unterschiedliche Qualitätskontrollen können die Signaldrift anzeigen. Das regelmäßige Messen eines zertifizierten Referenzmaterials (CRM) als QK-Lösung zeigt bei einer Blockage der Fackel sinkende Wiederfindungsraten. Schlechte (geringe) Wiederfindung für Qualitätskontroll-Lösungen, wie die Lösungen zur kontinuierlichen Kalibrierungsüberprüfung (CCV), ist ebenfalls ein Zeichen für eine Blockage.



Ermittelt das Gerät nicht mehr den gleichen Wert für die Kalibrierungslösungen, wenn diese als Qualitätskontrolle überprüft werden, ist eine Drift aufgetreten und eine Blockage an irgendeiner Stelle im Probenaufgabesystem ist wahrscheinlich. Diese Blockagen treten am häufigsten bei horizontal im Gerät ausgerichteten Fackeln auf. Bei vertikal ausgerichteten Fackeln ist dies nicht so häufig der Fall.

Ein weiteres häufig auftretendes Problem bei der Fackel ist eine falsche Montage oder Installation. Es tritt beim Einbau einer neuen Fackel oder beim Wiedereinbau einer gereinigten Fackel auf.

Die Durchführung automatisierter Geräteleistungstests zu Beginn jedes Tages, die ein Bestehen oder Nicht-Bestehen der Tests auf der Basis von durch den Hersteller vorgegebenen Werten anzeigen, weisen auf Probleme mit der Empfindlichkeit hin. Die Fackel kann dann überprüft werden, um sicherzustellen, dass sie korrekt montiert und installiert wurde.

Manche Fackeln bestehen aus vielen Komponenten, wodurch es beim Zusammenbau leicht zu Fehlern kommen kann. Eine falsche Fackelmontage oder -installation kann die Empfindlichkeit des Geräts beeinträchtigen. Eine schlechte Empfindlichkeit verursacht eine schlechte Präzision für Analyten in geringen Konzentrationen. Dies kann durch die Aufnahme von geeigneten QK-Lösungen in den Test zur Qualitätskontrolle überwacht und erkannt werden.

Vor dem Kauf eines ICP-OES-Gerätes empfiehlt es sich, die Fackel, die Sie am häufigsten verwenden werden, genau zu prüfen. Zerlegen Sie die Fackel und bauen Sie sie wieder zusammen, um herauszufinden, wie handhabungssicher die Montage ist. Die Standardfackel eines Agilent 5800 oder 5900 ICP-OES-Gerätes ist eine einfache einteilige Einheit. Es ist unmöglich, sie falsch zu montieren. Unsere zerlegbaren Fackeln bestehen aus nur 5 Komponenten. Im Vergleich dazu haben die Fackeln anderer Hersteller mehr als 10 Komponenten.

Die Ausrichtung der Fackel ist eine weitere mögliche Ursache von Problemen. Sie haben die Fackel richtig zusammengebaut, doch befindet sie sich auch im Gerät in der richtigen Position, um die optimale Beobachtung des Emissionssignals zu gewährleisten?
Bei Agilent ICP-OES-Geräten ist eine manuelle Ausrichtung der Fackel nicht erforderlich. Das Plug-and-Play-Fackelinstallationssystem gewährleistet, dass die Fackel perfekt zum Voroptiksystem des Geräts positioniert ist, ohne dass ein Eingriff durch den Benutzer oder eine Optimierung erforderlich ist.

Sollte das Plasma nicht zünden, ist dies eine weitere Ursache für Probleme. Die Gründe für den Ausfall sind nicht immer offensichtlich, weshalb die Fehlersuche und Problembehebung sehr zeitaufwendig sein kann. Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte verfügen über integrierte Sensoren, die die Plasmazündungssequenz überwachen. Mit diesen Sensoren kann die Ursache für das Nicht-Zünden des Plasmas genau bestimmt werden. Möglicherweise sind die Pumpenschläuche nicht mit einer Klammer gesichert oder die Fackel wurde nicht getrocknet und ist noch nass. Mit dieser Information kann das Gerät Hinweise liefern, wie das Problem gelöst werden kann.

Hochwertige Einzelelement-Kalibrierstandards

Die genaue Bestimmung von Schwermetallen und anderen Elementen in Umwelt- und Lebensmittelproben sowie in Proben für die Elementanalytik hängt von qualitativ hochwertigen Referenzmaterialien ab. Die nach ISO 17025 und 17034 akkreditierten Agilent ULTRA Standards werden den beiden Normen entsprechend eingehend getestet und hergestellt.

Verwenden Sie unser interaktives Periodensystem, um das gewünschte Element zu finden.

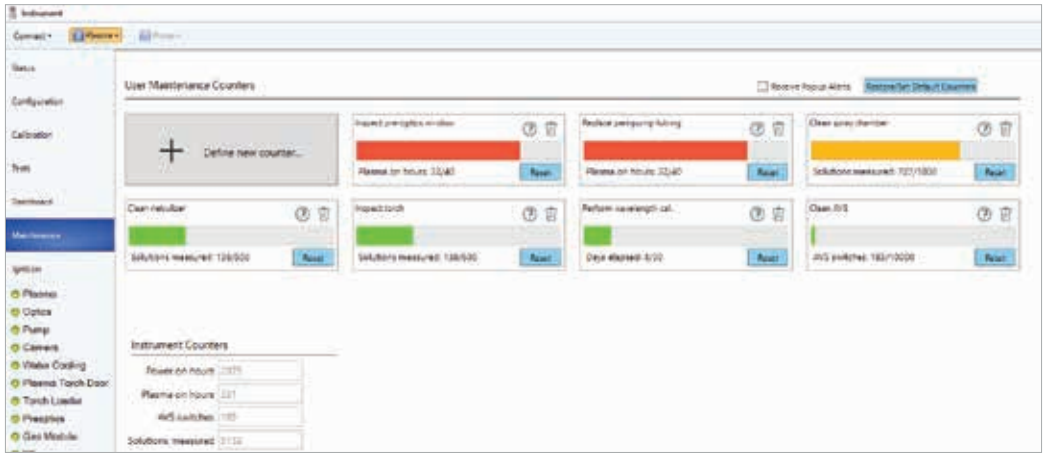


F:

Manchmal ist es für Labore wichtig, dass die analytischen Geräte kontinuierlich und ohne manuellen Eingriff innerhalb der Spezifikationen laufen. Wie kann man sich sicher sein, dass das Gerät so funktioniert, wie es funktionieren soll?

A:

Die Annahme, dass Geräte wie ein ICP-OES kontinuierlich ohne Wartung und ohne Überwachung tagelang funktionieren, ist eine häufige Fehleinschätzung. Das Risiko von Blockagen im Probenaufgabesystem durch bestimmte Proben, einen hohen Probendurchsatz oder extreme Umgebungsbedingungen im Labor kann durch die Erstellung eines Wartungsplans gemindert werden. Außerdem wird so verhindert, dass kleine Probleme zu Ausfallzeiten während eines Analysenlaufs führen und eine hohe Geräteleistung sichergestellt.



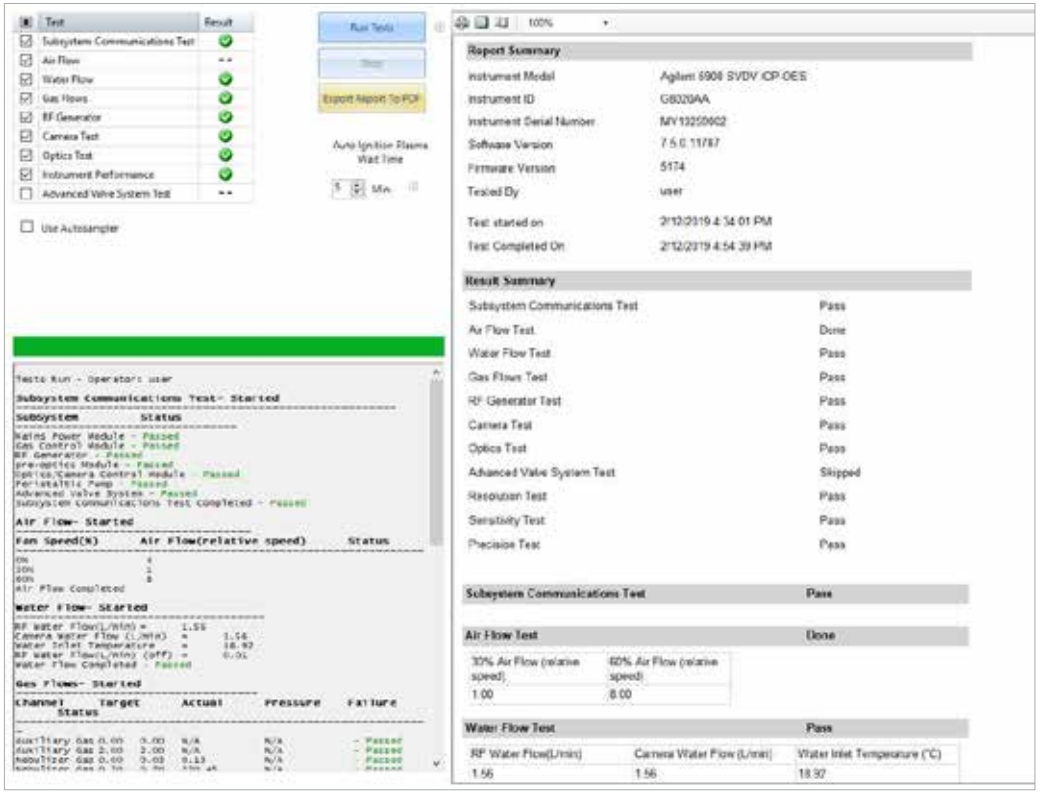
Die Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 verfügen beide über die Funktion zur Meldung vorbeugender Wartungen. Diese Funktion zählt die Anzahl der gemessenen Proben. Auf dem Bildschirm werden Warnmeldungen angezeigt, die daran erinnern, nach der eingestellten Anzahl gemessener Proben Reinigungs- und Wartungsmaßnahmen durchzuführen.

Die für den Betrieb des Geräts erforderliche Versorgung mit Argon, Kühlwasser oder elektrischem Strom kann ebenso einer Fehlfunktion unterliegen. Ist die Versorgung nicht optimal, kann die Analyseleistung beeinträchtigt sein. Dies kann die Empfindlichkeit, die Präzision, den linearen dynamischen Bereich sowie weitere Aspekte der Leistung betreffen.

Eine gute Vorgehensweise ist es, täglich vor dem Start der Analysen einen automatisierten Geräteleistungstest durchzuführen. So wird der korrekte Betrieb des Geräts sofort überprüft und Wiederholungsmessungen werden vermieden, da Sie gleich zu Beginn feststellen, dass Ihre Ergebnisse nicht korrekt sind. Die meisten ICP-OES-Geräte verfügen über integrierte Leistungstests. Manche überprüfen auch die Versorgung wie beispielsweise die Gasversorgung.

Zusätzlich zu den Warnmeldungen verfügen die Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 über mehr als 100 Sensoren, die permanent wichtige Geräteteile überwachen. Entstehen Blockagen im Zerstäuber? Sie werden darauf hingewiesen. Haben Sie vergessen, den Pumpenschlauch mit einer Klammer zu sichern? Auch darüber werden Sie informiert. Und selbst der Einlassfilter für die Luftzufuhr im Gerät wird überwacht. Wissen Sie genau, wann Sie den Filter Ihrer Klimaanlage zu Hause das letzte Mal gereinigt haben? Komponenten wie Filter geraten schnell aus dem Blickfeld. Sollte es in Ihrem Labor besonders staubig sein, kann der Filter zusetzen. Das bemerken Sie eventuell erst, wenn die Luftzufuhr zum Gerät nicht mehr ausreicht und Fehlfunktionen auftreten. Mit den Funktionen des Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 werden Sie auf den geminderten Filterdurchsatz hingewiesen, lange bevor es zu Problemen kommt.

Die Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 enthalten einige sehr hilfreiche integrierte Geräteüberwachungsfunktionen. Das System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF) gibt Warnmeldungen aus, die den Benutzer an die Durchführung von Leistungstests oder vorbeugenden Wartungsmaßnahmen erinnern. Diese Warnmeldungen orientieren sich an der Anzahl der analysierten Proben. Ähnlich wie beim empfohlenen Serviceintervall Ihres Autos, das sich daran orientiert, wie viele Kilometer Sie zurückgelegt haben, wird die Wartung nach Probendurchsatz statt nach abgelaufener Zeit durchgeführt und so die Geräteleistung aufrechterhalten. Die Warnmeldungen können so eingestellt werden, dass sie zu den Probentypen passen, die ein Labor primär analysiert. Ein Labor, das beispielsweise hauptsächlich saubere Wasserproben analysiert, muss Wartungsmaßnahmen weit weniger häufig durchführen als ein Labor, das schwierige Proben wie Bodenproben analysiert, die mit Säure aufgeschlossen werden und höhere Salzgehalte haben.



In die Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 integrierte automatisierte Geräteleistungstests können täglich vor der Messung von Proben schnell durchgeführt werden, um zu prüfen, dass alles in Ordnung ist.

F:

Die richtige Einstellung der Methodenparameter ist ein wichtiger Arbeitsschritt im Labor. Wie kann am besten gewährleistet werden, dass die richtigen Parameter ausgewählt sind?

A:

Die Methodenparameter der Geräte können Ihre Ergebnisse stark beeinflussen. Ein unzureichender Argongasfluss ins Plasma beispielsweise und eine unzureichende Plasmaleistung führen zu einer nicht ausreichenden Energie im Plasma. 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, die im Spurenbereich vorliegen. Die Präzision liegt dann in manchen Fällen außerhalb der Labortoleranz und die Proben müssen erneut gemessen werden.

Weitere häufige Fehler sind beispielsweise die falsche Einstellung der Pumpgeschwindigkeit und eine ungeeignete Verzögerungszeit vor der Aufnahme von Daten. Die Spülzeit ist ebenfalls kritisch. Mit einer zu kurzen Spülzeit riskieren Sie Kontaminationen durch Verschleppung von der vorherigen Probe. Bei zu langer Spülzeit werden Zeit, Energie und Gas verschwendet.

Um die besten Methodenparameter zu bestimmen, sollten Sie als Teil des Methodenentwicklungsverfahrens eine CRM-Probe analysieren, die eine ähnliche Matrix hat wie Ihre Proben. 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. Es ist außerdem ratsam, beide Einstellungen vor dem Start der Analyse zu überprüfen. Um zu prüfen, ob die Pumpgeschwindigkeit und die Aufnahmeverzögerungszeit korrekt sind, aktivieren Sie die hohe Pumpgeschwindigkeit von Hand und messen Sie, wie lange die Lösung benötigt, um vom Teströhrchen im automatischen Probengeber in die Zerstäuberkammer zu gelangen.

Diese Zeit sollte als Aufnahmeverzögerung gewählt und die Pumpgeschwindigkeit manuell in die Methode eingetragen werden.

Moderne Geräte verfügen oftmals über eine Reihe von Tools, die den Benutzer bei der Bestimmung der optimalen Methodenparameter unterstützen. Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte beispielsweise verfügen über eine Funktion namens IntelliQuant-Screening. Diese Funktion führt einen schnellen Scan der Probe durch, um bis zu 70 Elemente in einer Probe zu identifizieren und deren Konzentrationen abzuschätzen. Ist die verwendete Probe für Ihre regulären Proben repräsentativ, können Sie die IntelliQuant-Ergebnisse als Richtschnur für die Methodenparameter verwenden. Wenn beispielsweise die Zielelemente in Ihrer Probe in geringer Konzentration vorliegen, können Sie die Hochfrequenzleistung erhöhen und den Zerstäuberfluss herabsetzen, um die Empfindlichkeit für diese Elemente zu verbessern.

Die Informationen der IntelliQuant-Funktion können auch dazu verwendet werden, den Konzentrationsbereich für die Kalibrierung zu bestimmen. Wenn Sie die ungefähre Konzentration der Elemente in Ihrer Probe kennen, können Sie Standardkonzentrationen auswählen, die den erwarteten Konzentrationsbereich der Probe widerspiegeln und so eine genaue Kalibrierung erzielen, die den gesamten Bereich der Proben abdeckt.



Die Agilent IntelliQuant-Funktion bestimmt halbquantitativ bis zu 70 Elemente in einer Probe. Dies ist bei der Entwicklung einer neuen Methode oder bei der Messung unbekannter Proben aus einer neuen Quelle hilfreich.

Tipp: Die IntelliQuant-Funktion unterstützt auch bei der Auswahl der optimalen analytischen Wellenlänge auf der Grundlage mehrerer Faktoren wie beispielsweise spektralen Störungen. Mehr dazu finden Sie im eBook „Reduzierung von Wiederholungsmessungen in der ICP-OES aufgrund von Fehlern und Problemen mit der Probe“

Intelligent Rinse ist eine weitere Funktion, die die Methodenentwicklung vereinfacht und vermeidet, dass übermäßig lange Spülzeiten eingestellt werden. Beim Aufsetzen einer Methode muss üblicherweise eine Spüldauer festgelegt werden, die für die Proben mit den höchsten Konzentrationen geeignet ist. Diese Spüldauer wird dann für alle Proben verwendet, auch für solche mit viel niedrigeren Analytkonzentrationen. Die intelligente Spülfunktion Intelligent Rinse von Agilent überwacht die angegebenen Element-Wellenlängen während der Spülphase und beendet das Spülen automatisch, wenn die Intensitäten einen vom Benutzer festgelegten Schwellenwert für den Spülvorgang erreichen. Bei der Verwendung von Intelligent Rinse muss die Spülzeit nicht in der Methode angegeben werden, es ist also eine Einstellung weniger zu bestimmen.

Schöpfen Sie das Potential Ihrer Geräte von Agilent voll aus

Die Agilent University bietet Präsenzschulungen und Online-Kurse zur Verbesserung von Fähigkeiten und Arbeitsabläufen an.

Wählen Sie aus unserem Seminarangebot das Lernumfeld, die Präsentationsform und den Leistungsumfang des Kurses aus, der am besten zu Ihren Anforderungen passt – und zum geplanten Budget.

- Präsenzschulung
- Vor-Ort-Schulung
- Online-Schulungen auf Wunsch

Weitere Informationen finden Sie unter **www.agilent.com/crosslab/university**



F:

Gibt es Komponenten eines ICP-OES-Geräts, die häufig bei einer Überprüfung vergessen werden?

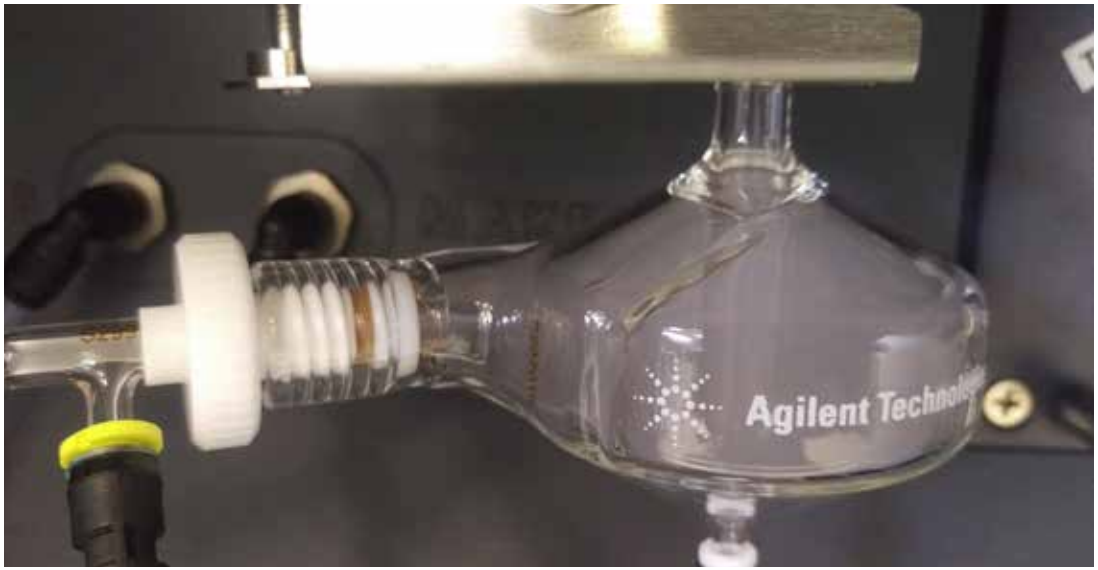
A:

Präoptische Fenster sind die runden Glasfenster zwischen dem Fackelstand und der Kammer, in der sich die optischen Komponenten des Geräts befinden. Wenn sich Kontaminationen von gemessenen Proben 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. In der Folge führt dies zu schlechter Präzision, weshalb Proben unter Umständen erneut gemessen werden müssen. Das gilt insbesondere für jene, die Analyten, die wenig Licht emittieren, im Spurenbereich enthalten. Durch die Überwachung der Präzision bei der Messung 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.



Die Reinigung der präoptischen Fenster sollte in den Plan für regelmäßige Wartungsmaßnahmen für ein Gerät aufgenommen werden. Die tägliche Durchführung automatisierter Geräteleistungstests deckt Verluste der Geräteempfindlichkeit auf.

Die Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 verfügen über das praktische System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF). Mit dieser Funktion können Sie Warnmeldungen auf Grundlage der Anzahl gemessener Proben einstellen. Häufig werden in Laboranweisungen dokumentierte Reinigungs- und Wartungspläne vergessen oder ignoriert, insbesondere unter Zeitdruck. Wenn diese Aufgaben nicht ordnungsgemäß durchgeführt werden, kann dies große Auswirkungen auf die Ergebnisse haben, was dann wiederum zu einem Zeitverlust führt, da zuerst die Fehlersuche durchgeführt werden muss und anschließend die Proben eventuell neu gemessen werden müssen.



Die EMF-Funktion erinnert mit einer Warnmeldung auf dem Bildschirm an die Durchführung der Wartungsaufgaben wie beispielsweise die Reinigung der präoptischen Fenster – und zwar bevor die Ergebnisse beeinträchtigt werden. Praktischerweise kann die EMF-Funktion an Ihre Probentypen angepasst werden. Analysiert ein Labor häufig Proben mit hohem Matrixanteil wie Boden- und Schlammproben, müssen Reinigung und Wartung häufiger durchgeführt werden als in einem Labor, das nur Wasserproben untersucht.

Ein weiterer großer Vorteil der EMF-Funktion ist die Tatsache, dass sie als Beleg für ein Audit verwendet werden kann. Hat Ihr Labor beispielsweise einen dreiwöchigen Routinewartungszyklus, aber in einer der drei Wochen wurden nur 50 Proben gemessen, dann wurde die Wartung unter Umständen verschoben. Stellt ein Auditor nun die Frage, warum die Wartung nicht durchgeführt worden ist, können die Daten der EMF-Funktion zeigen, dass die Wartung wegen der reduzierten Probenanzahl nicht erforderlich war. Sie können daher auf Wartungspläne auf der Grundlage der abgelaufenen Zeit vollständig verzichten und benötigen keine ausgedruckten Unterlagen zur ICP-Wartung mehr. Die EMF-Funktion speichert alle Daten und übernimmt die Wartungsplanung für Sie.

F:

Sie haben Schläuche als weitere häufige Problemquelle genannt. Was kann getan werden, um Schlauchprobleme zu verhindern oder zu erkennen?

A:

Der Verschleiß von Pumpenschläuchen ist ein Problem, das unterschätzt wird. Viele Labors finden sich damit ab, dass ein Schlauch allmählich Verschleißerscheinungen zeigt, und sind sich der Beeinträchtigungen durch einen verschlissenen Pumpenschlauch nicht bewusst. Der Austausch eines verschlissenen Schlauchs ist eine einfache und relativ günstige Wartungsmaßnahme. Wird er jedoch nicht regelmäßig ausgetauscht, kann dies die Ergebnisse stark negativ beeinflussen.

Undichte Verbindungen, eine falsche Spannung und Luftblasen sind weitere häufig vorkommende Schlauchprobleme. Auch wenn man vergisst, den Schlauch der peristaltischen Pumpe vor dem Start einer Analyse wieder mit einer Klammer zu befestigen, kann dies zu Problemen führen.

Ein verschlissener, undichter oder schlecht sitzender Schlauch an der peristaltischen Pumpe führt zu einer schlechten Präzision der Ergebnisse und kann zudem zu einer Drift im Analysenverlauf führen, da die Pumpeffizienz sich aufgrund des verschlissenen Schlauchs während des Gebrauchs ändert. Sowohl die Präzision



als auch die Drift können mithilfe von QK-Lösungen überwacht werden. Diese werden jedoch häufig erst nach 30 bis 40 Minuten gemessen, sodass viel Zeit bis zum Ergebnis verloren geht, insbesondere dann, wenn die Proben, die seit der letzten korrekten QK-Probe gemessen wurden, erneut gemessen werden müssen.

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 nach einer bestimmten Anzahl von Proben, ist wichtig. Diese Überprüfungen können die Gefahr reduzieren, dass Sie Proben aufgrund von Problemen mit dem Pumpenschlauch erneut messen müssen.

Das System zur Meldung vorbeugender Wartungen der Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 kann den Benutzer dazu auffordern, Wartungsmaßnahmen am Pumpenschlauch vorzunehmen. Die EMF-Warnmeldung kann so eingestellt werden, dass der Benutzer daran erinnert wird, den Pumpenschlauch entweder nach einer bestimmten Zeit oder nach einer festgelegten Anzahl gemessener Proben zu überprüfen oder auszutauschen. Der Zähler der Warnmeldung kann so eingestellt werden, dass der Wert zur Art der Probenmatrix passt. Verwenden Sie beispielsweise Lösungen mit 2 % Salpetersäure, können Sie den Zähler für die Warnmeldung auf einen Hinweis nach 2000 bis 3000 Proben einstellen. Verwenden Sie hingegen eine höhere Säurekonzentration, muss die Warnmeldung auf einen geringeren Wert, nach jeweils ungefähr 1000 Proben, eingestellt werden.

Sie sollten auch auf die Art des Pumpenschlauchs, den Sie verwenden, achten. Er muss der Probenmatrix gegenüber chemisch beständig sein. Organische und wässrige Lösungen erfordern unterschiedliche Pumpenschlauchtypen. PVC eignet sich gut für die meisten wässrigen und sauren Matrices, ist aber nicht für den Gebrauch mit den meisten organischen Lösemitteln geeignet. PVC zersetzt sich schnell, sodass der Schlauch nicht mehr korrekt pumpt; bei manchen Lösemitteln kann die Pumpfunktion vollständig ausfallen. Die regelmäßige Überprüfung der Schlauchelastizität ist eine einfache Überwachungsaufgabe. Zersetzt sich der Schlauch, wird er hart, dehnt sich aus und verliert an Elastizität.

Eine gute Praxis am Ende eines Arbeitstages ist das Spülen des Geräts und das Entfernen der Schlauchklammer sowie das Abziehen der Pumpenschläuche, sodass sie nicht mehr über die Pumpenrollen gespannt sind. Diese Maßnahmen verlängern die Lebensdauer der Pumpenschläuche. Lassen Sie die Probenmatrix über Nacht in den Schläuchen stehen, dringen Spuren der Probe in den Schlauch ein und verursachen eine Kontamination der ersten Proben der nächsten Analysenserie und einen schnelleren Verschleiß des Schlauchs.

Die Funktion Outlier Conditional Formatting der Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 ist ein weiteres hilfreiches Werkzeug zur Erkennung von verschlissenen Pumpenschläuchen. Diese Funktion überwacht die Ergebnisse der Proben während einer Analysenserie. Sie meldet, wenn die relative Standardabweichung einen bestimmten Schwellenwert überschreitet, die Messungen interner Standards die Überprüfung nicht bestehen, Messwerte außerhalb des Kalibrierbereichs auftreten oder bei verschiedenen Wellenlängen eines Elements inkonsistente Ergebnisse vorliegen. In der Regel verursacht ein verschlissener Pumpenschlauch eine Erhöhung der relativen Standardabweichung. Wird eine Warnmeldung ausgelöst, hat der Benutzer die Chance, das Problem zu beheben, bevor die Probenanalyse fertiggestellt ist und sie nach dem Austausch des Pumpenschlauchs erneut durchgeführt werden muss.

F:

Die Zerstäuberkammer ist eine weitere kritische Komponente des Probenaufgabesystems. Haben Sie Tipps für die Aufrechterhaltung der Zerstäuberkammerleistung?

A:

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.

Öle sind besonders schlecht für Zerstäuberkammern. Das Analysieren von ölhaltigen Proben verursacht einen ungleichmäßigen Abfluss aus der Zerstäuberkammer. Spülen Sie am Ende einer Analyse das System einige Minuten lang mit reinem Lösemittel, um die Zerstäuberkammer zu reinigen. Einige Labore verwenden für organische Lösemittel oder Proben mit hoher Salzfracht gesonderte Probenaufgabesysteme. Diese Komponenten können dann je nach Bedarf installiert werden. Durch diese Maßnahme wird die Lebensdauer der Komponenten, die täglich für den Gebrauch mit wässrigen Proben eingesetzt werden, verlängert.

Eine verschmutzte Zerstäuberkammer führt zu schlechter Präzision. Die kurzfristige Präzision kann durch die Überprüfung der relativen Standardabweichung für Replikate der Probe und die mittelfristige Präzision durch die Verwendung von QK-Lösungen überwacht werden. Das Problem besteht darin, dass die QK-Lösungen meistens in einem Abstand von jeweils 30 Minuten platziert werden. Schlägt also eine Qualitätskontrolle fehl, müssen alle Proben vor dieser QK-Probe erneut gemessen werden.

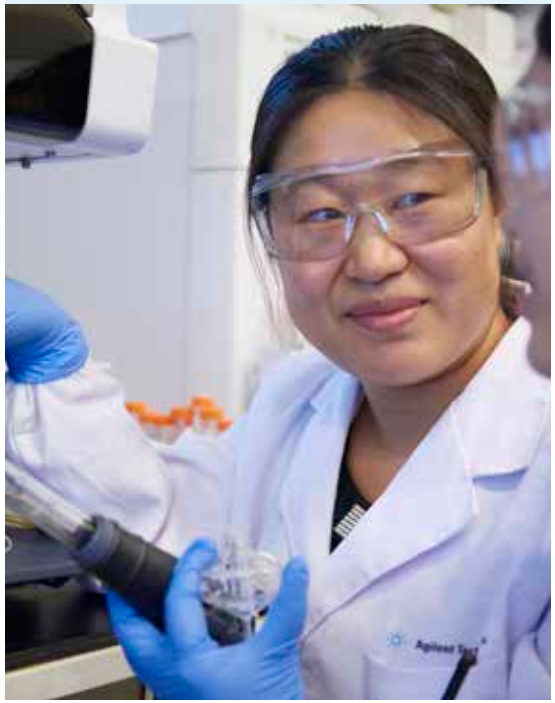
Nehmen Sie die Reinigung der Zerstäuberkammer in Ihre Routinewartung auf. Führen Sie auch automatisierte Geräteleistungstests zu Beginn jedes Tages durch. Dies zeigt, ob die Präzision der Ergebnisse den Spezifikationen des Herstellers entspricht.

Das System zur Meldung vorbeugender Wartungen der Agilent ICP-OES-Geräte 5800 und 5900 kann zur Einstellung von Warnmeldungen bezüglich der Reinigung der Zerstäuberkammer eingesetzt werden. Analysieren Sie Öle, Lebensmittelproben oder andere Proben mit hohem Matrixanteil, können Sie die Warnmeldungen so einstellen, dass sie jeweils nach wenigen Hundert Proben angezeigt werden. Analysieren Sie sauberere Proben, können Sie das Auslösen der Anzeige für die Warnmeldung zur Reinigung der Zerstäuberkammer auf eine Probenzahl von einigen Tausend einstellen.

Verbrauchsmaterialien von Agilent

Agilent bietet eine Reihe von ICP-OES-Verbrauchsmaterialien hoher Qualität an, beispielsweise ICP-OES-Zerstäuber und Applikationskits, um eine Vielzahl von Elementspektroskopie-Applikationen zu unterstützen.

Wir bieten applikationsspezifische Teile und Zubehör wie Schläuche für peristaltische Pumpen und ICP-OES-Schlauchsätze für unterschiedliche Lösemittel sowie ICP-OES-Zerstäuberkammern, Fackeln und Gasfilter an.



Welches ICP-OES entspricht am besten Ihren Anforderungen?



Agilent 5800 ICP-OES

Das Agilent 5800 verfügt über eine Reihe eingebetteter Sensoren, leistungsstarker Prozessoren und intelligenter Algorithmen und Diagnosefunktionen zur Erkennung von Problemen, die die Ergebnisse beeinträchtigen könnten, zur Vorankündigung einer Wartung und zur Automatisierung der Fehlersuche. Das 5800 arbeitet im Hintergrund und denkt wie ein Experte: Es gibt Ratschläge und löst Probleme, bevor sie auftreten. Diese intelligenten Funktionen reduzieren die Anzahl an Proben, die wiederholt gemessen werden müssen, und Sie erhalten zuverlässigere Ergebnisse.

Weitere Informationen: **www.agilent.com/chem/5800icpoes**

Agilent 5900 ICP-OES

Das 5900 enthält die intelligenten Funktionen des 5800, bietet aber auch die schnellste Probenmesszeit aller ICP-OES-Geräte, was Ihnen eine Steigerung Ihres Umsatzes ermöglicht. Die schnellen Probenmesszeiten führen zu einem geringen Argonverbrauch. Sie steigern den Gewinn Ihres Labors und Sie können Ihren Kunden zuverlässige Ergebnisse liefern.

Weitere Informationen: **www.agilent.com/chem/5900icpoes**

Dies könnte Sie auch interessieren

Reduzierung von Wiederholungsmessungen in der ICP-OES aufgrund von Fehlern und Problemen mit der Probe
Agilent Publikation (5994-1278DEE)

Calibration Troubleshooting Checklist
Agilent publication (5991-8688EN)

How to Optimize your ICP-OES Methods
Agilent publication (5991-8687EN)

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, 18. Dezember 2019
5994-1279DEE

Agilent
Trusted Answers