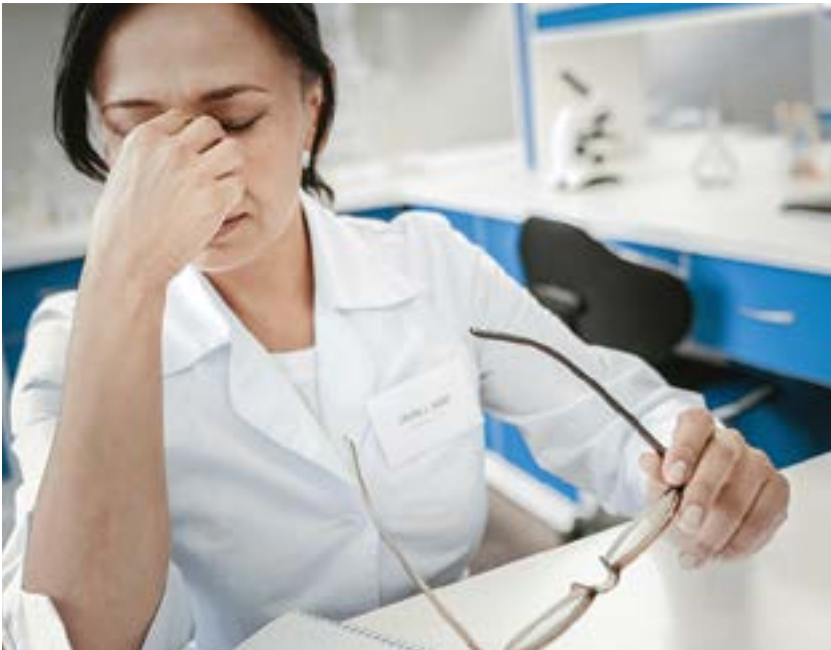


Unproduktive Zeitfallen
in der ICP-MS-Analytik
und wie sie vermieden
werden können

Zeitfallen im ICP-MS-Arbeitsablauf

Die Massenspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) ist eine gut etablierte Methode zur Messung von Spuren- und Mengenelementen in einer Vielzahl von Probenotypen. Die ICP-MS wird in Bereichen wie beispielsweise Lebensmittel, Agrarwirtschaft, Umwelt, Geochemie und Geologie, Werkstoffe und Halbleiter, Petrochemie, Biowissenschaften, klinische Forschung und Kernenergie eingesetzt.



Die ICP-MS ist bekannt für ihre hohe Empfindlichkeit, ihre Toleranz gegenüber der Matrix und ihre Fähigkeit, Elemente über einen großen Konzentrationsbereich zu messen. Aufgrund der einfachen Spektren und der zuverlässigen Kontrolle von Interferenzen ist die ICP-MS die Methode der Wahl für Routineanwendungen und regulierte Applikationen, von der Trinkwasser- und Umweltüberwachung bis zur Lebensmittelsicherheit und der Herstellung pharmazeutischer Produkte.

Viele Laboratorien wollen von einer anderen Elementspektroskopieart zur ICP-MS wechseln oder ein Upgrade ihres ICP-MS-Systems durchführen, um bessere Nachweisgrenzen und einen höheren Probendurchsatz zu erzielen. Labore, für die diese Methode neu ist, bekommen vielleicht den Eindruck, dass die ICP-MS schwierig zu erlernen, kompliziert anzuwenden und teuer in Betrieb und Wartung ist. Diese Schwierigkeiten halten sie möglicherweise davon ab, die Methode einzuführen.

Labore, die die ICP-MS bereits verwenden, kämpfen zuweilen mit der Optimierung von Methoden und Arbeitsabläufen, aber viele gehen davon aus, dass dies bei der Installation und beim Betrieb eines ICP-MS unvermeidlich dazugehört. In Laboren, die ihre ICP-MS-Methodik nicht optimiert haben, können unproduktive und häufig unnötige Aktivitäten, sogenannte Zeitfallen, die Produktivität und Rentabilität beeinträchtigen. Diese Zeitfallen können mehr als nur verlorene Zeit kosten. Mitarbeiter, die durch manuelles Aufsetzen der Methode, Überprüfen der Geräte und Wiederholen von Analysen überlastet sind, fühlen sich möglicherweise bei der Arbeit unzufrieden und machen mit einer höheren Wahrscheinlichkeit Fehler. Fehler können zu Wiederholungsanalysen führen, die Probenbearbeitungszeit beeinflussen und die Qualität der gelieferten Ergebnisse beeinträchtigen. Dies kann den Ruf eines Labors gefährden.

Häufigste Zeitfallen

In einer kürzlich durchgeführten Online-Umfrage¹ wurden Laborleiter gebeten, häufige Zeitfallen, die ihre ICP-MS-Analysen am meisten beeinträchtigen, nach ihrer Bedeutung zu ordnen. Hier sind die Ergebnisse.



Vielleicht denken Sie, dass diese Zeitfallen ein unvermeidlicher Teil der ICP-MS-Analytik sind, etwas, das man im täglichen Betrieb akzeptieren muss. Aber vielleicht könnten Sie Ihre Analytik auch auf bessere und effizientere Weise durchführen: Auf eine Art und Weise, die Ihr Leben einfacher, Ihre Angestellten zufriedener und Ihre Ergebnisse zuverlässiger machen könnte.

Wie bei den meisten modernen wissenschaftlichen Methoden ist ein gewisses Maß an Wissen und Erfahrung erforderlich, um mit einem ICP-MS genaue und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Da die Geräte immer stärker automatisiert arbeiten, ist das erforderliche Maß an Fachwissen zur Durchführung der Analysen glücklicherweise nicht mehr so groß. Moderne ICP-MS-Geräte enthalten vordefinierte Vorlagen für Methoden, Routinen für die Auto-Optimierung, Leistungsüberprüfungen sowie Sensoren und Überwachungsfunktionen zur Selbstdiagnose. Diese integrierten Funktionen spiegeln das Maß an Fachwissen wider, das früher einen erfahrenen Benutzer erfordert hätte.

Aber es sind nicht nur die Funktionen des Geräts, die hilfreich sind. Abläufe im Labor können verbessert werden, indem Sie einfache Änderungen an der Art und Weise vornehmen, wie Sie Analysen durchführen.

Dieses eBook untersucht die üblichen Zeitfallen, die Routine-ICP-MS-Analysen beeinflussen, und bietet Lösungen, um ihre Beeinträchtigung zu minimieren oder ganz zu vermeiden.

1. Die Umfrage wurde im September 2020 von Agilent durchgeführt. Ein Prozentsatz von 100 % bedeutet, dass alle Umfrageteilnehmer diese Zeitfalle als am bedeutendsten einstufen.

Inhalt



Einarbeitung in ein neues Gerät

Die Zeitfalle

Neue Nutzer der ICP-MS gehen oft davon aus, dass die Methode schwierig zu erlernen und durchzuführen ist. Dasselbe gilt auch für Anwender, die mit einer Gerätemarke der ICP-MS vertraut sind und nicht sicher sind, ob eine andere Marke genauso einfach eingesetzt werden kann. Es stimmt, dass ein ICP-MS, wie andere analytische Geräte auch, etwas Zeit erfordert, um zu lernen, wie man es effizient einsetzen kann. Aber moderne ICP-MS-Geräte bieten Software-Bedienoberflächen und Lösungen für den Arbeitsablauf, die den Einarbeitungsprozess viel kürzer und einfacher machen.

Einige Labore werden weiterhin alte Geräte benutzen oder sie ersetzen ein in die Jahre gekommenes Gerät durch ein anderes der gleichen Art, nur um das Einarbeiten in ein neues Gerät zu vermeiden. Häufig versuchen Labore mit den Einschränkungen älterer Geräte irgendwie zurecht zu kommen, weil sie denken, dass dies eine einfachere Lösung als die Installation eines neueren Geräts ist. Jedoch befinden sich kommerzielle Labore in einer Konkurrenzsituation und das Festhalten an einem alten Gerät, das nicht so viel leistet wie ein neueres System eines Konkurrenzlabors, kann einen größeren Preis haben. Ein leistungsfähigeres Gerät könnte Möglichkeiten zur Untersuchung von Proben eröffnen, die Sie im Moment nicht messen können. Es könnte auch die Geschwindigkeit und Genauigkeit von Analysen verbessern und die Erweiterung Ihres Geschäftsfelds auf Dienstleistungen für andere Branchen ermöglichen. Die neuesten ICP-MS-Systeme verfügen über Funktionen, die die Konfigurierung des Geräts und die Übertragung vorhandener Methoden von einem älteren Gerät vereinfachen.



Die Lösungen

Bei der Auswahl eines neuen Geräts die richtigen Fragen stellen

Wenn Sie über den Kauf eines neuen ICP-MS nachdenken, können diese Tipps hilfreich sein:

- Testen Sie das Gerät mit einer Probenauswahl, die für Ihren normalen Betrieb repräsentativ ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass alle Geräte über die gleichen Fähigkeiten verfügen, und verlassen Sie sich nicht nur auf veröffentlichte Spezifikationen. Reale Leistungsunterschiede zeigen sich am deutlichsten bei schwierigen, komplexen Proben mit hohem Matrixanteil. Achten Sie also darauf, die Leistung für Ihre schwierigsten Probenarten zu testen.
Bitte Sie den Anbieter, das System so zu demonstrieren, wie es Ihrem Arbeitsablauf im Labor entspricht. Wenn Sie routinemäßig die Proben analysieren „wie Sie sie erhalten“, ohne Methoden ausführlich aufzusetzen, dann bitten Sie darum, die Testproben auf diese Weise zu analysieren. Das gibt Ihnen einen wichtigen Eindruck, wie einfach das System zu benutzen ist.
- Bedenken Sie, wie Ihr Labor organisiert ist. Werden Ihre Routineproben von Nichtspezialisten im Schichtdienst mit einer Methode analysiert, die ein erfahrenerer Analytiker aufgesetzt hat? Wenn ja, fragen Sie, ob es eine vereinfachte Bedienoberfläche gibt, die sicherstellen kann, dass die Routineanalysen nach dem definierten Arbeitsablauf erfolgen.
- Betreuen Ihre Analytiker mehrere Geräte/Methoden zur gleichen Zeit? Mit einer Geräteschnittstelle, die auf einem Mobilgerät wie beispielsweise einem Tablet verwendet werden kann, können Analytiker eine Probenmessung überwachen, während sie sich an einem anderen Ort befinden. Außerdem ist es wichtig, visuelle Indikatoren auf dem Bildschirm zu haben, die den Status der Analyse anzeigen. Sie wollen nicht ins Labor zurückkehren, um festzustellen, dass vor einer Stunde eine Qualitätskontrolle fehlgeschlagen ist und Sie jetzt die Messung vieler Proben wiederholen müssen.
- Achten Sie bei der Gerätevorführung darauf, wie viele Methodenparameter (wenn überhaupt) für verschiedene Probenarten geändert werden müssen. Sollte Ihr Labor viele verschiedene Probenarten untersuchen, ist es eine große Zeitfalle, wenn Sie für jeden Probenartyp viele Methodenparameter ändern müssen.
- Die Unterstützung und die möglichen Schulungen vonseiten des Anbieters sind ebenfalls wichtige Faktoren. Ist eine persönliche Schulung in Ihrem Labor bald nach der Installation des Geräts möglich? Können Sie Remote-Support nutzen, um später bei Problemen Hilfe zu erhalten, oder müssen Sie bis zu einem Termin mit einem Servicetechniker warten? Wie gut ist die Qualität des Supports? Eine weitere Überlegung sind fortlaufende Schulungs- und Weiterbildungsangebote. Sehen Sie sich die Internetseiten der Hersteller jedes Geräts an, um herauszufinden, welche Schulungskurse sie anbieten, wie häufig sie diese durchführen und ob diese als Online- oder Präsenzveranstaltung stattfinden. Falls sie als Präsenzveranstaltung stattfinden, ist das in Ihrer Nähe?



Zugang zu kostenlosen Schulungen

Häufig sind praktische Anleitungen auf youtube.com oder anderen Internetseiten verfügbar. Sie sind eine hervorragende Quelle für Schulungen und Informationen. Beispielsweise [hat Agilent eine Reihe von ICP-MS-Videos](#) auf Youtube.

Alle mit dem Gerät gelieferten Ressourcen nutzen

Die meisten neuen Geräte werden mit einer Fülle von Informationen und Tools geliefert, die dem neuen Nutzer helfen sollen. Das Agilent 7850 ICP-MS beispielsweise verfügt über Videos und praktische Anleitungen in einem umfangreichen Hilfe- und Lernsystem, das Teil der Gerätesoftware ist. Es gibt außerdem einen umfangreichen [Ressourcen-Hub für ICP-MS](#), der viele hilfreiche Informationen für neue und erfahrende Anwender gleichermaßen enthält.

Geräte werden häufig auch mit betriebsbereiten Methoden (und/oder Methodenentwicklungstools) geliefert, die Unsicherheiten aus der Methodenentwicklung eliminieren. In diesen Methoden sind die meisten der Methodenparameter, mit denen sich neue Anwender häufig schwertun, wie beispielsweise die Isotopenauswahl, die Auswahl des internen Standards, die Auswahl des Zellgasmodus und die Einstellung der Integrationszeit usw. bereits definiert. Die Verwendung einer vordefinierten Methode vereinfacht die Entwicklung neuer Methoden und verkürzt die dafür erforderliche Zeit und reduziert die Wahrscheinlichkeit für Fehler beim Aufsetzen der Methode.

Routinearbeitsabläufe unter Verwendung von SOPs dokumentieren

Eine gute Dokumentation kann Analytikern wirklich helfen, sich schnell in ein neues Gerät einzuarbeiten. Eine Standardarbeitsanweisung (SOP) sollte klare, schrittweise Anweisungen mit vielen Bildern sowie Tipps zur Lösung von häufigen Problemen enthalten. Geräteanbieter wie Agilent können vorbereitete SOP-Vorlagen für übliche ICP-MS-Analysen anbieten, die Sie verwenden oder verändern können, sodass sie zu den SOP-Vorlagen Ihres Unternehmens passen. Beim Schreiben einer SOP für eine ICP-MS-Analyse ganz von vorne zu beginnen kann Wochen in Anspruch nehmen. Die Verwendung einer vorhandenen Vorlage ist also eine große Zeitersparnis.



Wie man eine SOP schreibt

Es wurde zwar für die pharmazeutische Industrie geschrieben, aber dieses eBook enthält Informationen, die für alle Labore zutreffen, die SOPs verwenden:

- Wie schreibt man SOPs, die einfach gelesen und verstanden werden können.
- Wie wägt man ab, welche Inhalte zur Erfüllung der Compliance für eine hilfreiche SOP notwendig sind.
- Wie testet man SOPs und stellt die Einheitlichkeit sicher.

[eBook herunterladen](#)

Erstellen neuer Methoden

Die Zeitfalle

Es kann lange dauern, bis ein Labor eine neue ICP-MS-Methode entwickelt, optimiert, geprüft und dokumentiert hat, insbesondere wenn die Mitarbeiter mit der ICP-MS nicht vertraut sind. Die Überprüfung der Leistung und die Dokumentation der Methoden für die Einhaltung regulatorischer Richtlinien bedeutet weitere Arbeit, sodass der gesamte Prozess mehrere Wochen oder gar Monate in Anspruch nehmen kann. Wo beginnen Sie bei der Entwicklung einer neuen Methode oder bei der Installation eines neuen ICP-MS-Systems, mit dem Sie nicht vertraut sind? Wie können Sie die Zeit für all das verkürzen?



Die Lösungen

Bewährte, vorhandene Methoden verwenden

Ein neues ICP-MS-Gerät enthält möglicherweise bereits Vorlagen von entwickelten Methoden. Das Agilent 7850 ICP-MS ist mit bereits entwickelten oder „vordefinierten“ Methoden ausgestattet, beispielsweise für Applikationen wie EPA 6020, 200.8 und ISO 17294 für Umweltproben und USP/ICH/ChP-Methoden für die Herstellung pharmazeutischer Produkte. Das 7850 enthält auch allgemeine Methoden mit optimalen Einstellungen für Proben mit unterschiedlichem Matrixanteil, die Sie anpassen können, sodass die Methoden zu Ihren speziellen Analyten, internen Standards und Probenzuführungseinstellungen passen. Haben Sie Ihre Änderungen vorgenommen, können die Methode, die Parameter sowie weitere Informationen wie Kalibrierungsniveaus und Einstellungen für die Qualitätskontrolle als Batch-Datei gespeichert werden. Batch-Dateien können als Vorlage für nachfolgende Probenchargen verwendet werden und damit viel Zeit bei der Konfigurierung einsparen. Die Batch-Dateien stellen zudem sicher, dass die Einstellungen der Methode einheitlich verwendet werden, auch wenn ein anderer Analytiker das Gerät benutzt.

ICP-MS-Geräte können außerdem mit einer Methode geliefert werden, die speziell für Sie entwickelt wurde. Wenn Sie Proben zu einer ICP-MS-Gerätedemonstration schicken oder mitnehmen, kann der Applikationsspezialist des Anbieters die für die Analyse verwendete Methode als Vorlage speichern. Diese Vorlage kann Ihnen zur Verfügung gestellt werden oder bei der Installation auf Ihr System geladen werden, sodass Sie eine funktionierende Methode mit bewährter Leistung für Ihre Proben bekommen.

Wurden keine für Sie relevanten Methodenvorlagen mit Ihrem Gerät mitgeliefert, haben Sie im Internet Zugang zu veröffentlichten Methoden auf den Seiten der US EPA, auf der Seite für offizielle Analysemethoden der AOAC und auf der ASTM-Methodenseite. Sie müssen diese Methoden zwar noch für Ihr Gerät optimieren, aber es sind gute Ausgangspunkte. Nutzen Sie Online-Communities wie die Agilent Community (community.agilent.com), um Fragen zu stellen und von Anderen zu lernen, die ähnliche Methoden erstellt haben. Auf den Internetseiten der Geräteanbieter veröffentlichte Application Notes sind weitere hilfreiche Informationsquellen. Schließlich bieten die meisten Geräteanbieter eine Beratungsdienstleistung für die Methodenentwicklung an, was eine gute Lösung sein kann, wenn Ihre Proben oder Methoden besonders ungewöhnlich sind.

Eine neue Methode definieren

Unabhängig davon, ob Sie eine vorhandene Methode, eine vordefinierte Vorlage verwenden oder ganz von vorne beginnen, gibt es bestimmte Parameter, die für den langfristigen Erfolg Ihrer Analysen entscheidend sind. Zu den wichtigsten Punkten gehört es, sicherzustellen, dass die Methode passend zum Matrixniveau der zu messenden Proben konfiguriert ist und spektrale Überlappungen beachtet werden.

Die Toleranz jedes ICP-MS-Geräts gegenüber der Matrix wird von der Robustheit des Plasmas bestimmt, die Sie anhand des CeO/Ce-Verhältnisses überwachen können. Stellen Sie sicher, dass sich die in Ihrer Methode definierten Plasmabedingungen für die Probentypen und Matrixniveaus, die Sie analysieren werden, eignen. Proben mit hohem Matrixanteil erfordern robustere Plasmabedingungen (geringeres CeO/Ce-Verhältnis). Eine Analyse mit weniger robustem Plasma als erforderlich führt langfristig zu Problemen mit der Matrixablagerung, kürzeren Wartungsintervallen, Signaldrift, QC-Fehlern und Wiederholungsmessungen von Proben.

Mit Standardreferenzmaterialien die Leistung der Methode verifizieren

Das Verifizieren der Leistung der Methode durch die Analyse von zertifizierten Referenzmaterialien (CRM) oder von Standard-Referenzmaterialien (SRM) stellt eine gute Art und Weise dar, um festzustellen, ob Ihre Methode die richtigen Ergebnisse liefert. Es gibt für diese Materialien viele Anbieter, die einen breiten Bereich an Probentypen abdecken. Sie finden also mit großer Wahrscheinlichkeit ein Material, das der Matrix Ihrer Proben nahe kommt.

Um sowohl die Probenvorbereitung als auch die Analyseleistung zu überprüfen, sollte das Referenzmaterial genauso vorbereitet werden wie Ihre Proben. Das Referenzmaterial wird dann jeder Probencharge hinzugefügt und auf die gleiche Weise analysiert wie die unbekanntenen Proben. Liefert Ihre Methode Ergebnisse, die mit den zertifizierten Werten für jedes Element des Referenzmaterials übereinstimmen, ist dies ein guter Hinweis darauf, dass Ihre Probenvorbereitung zu guten Wiederfindungsraten führt. Das Erzielen korrekter Ergebnisse für die Referenzmaterialien bestätigt auch, dass Ihre Kalibrierung korrekt ist.

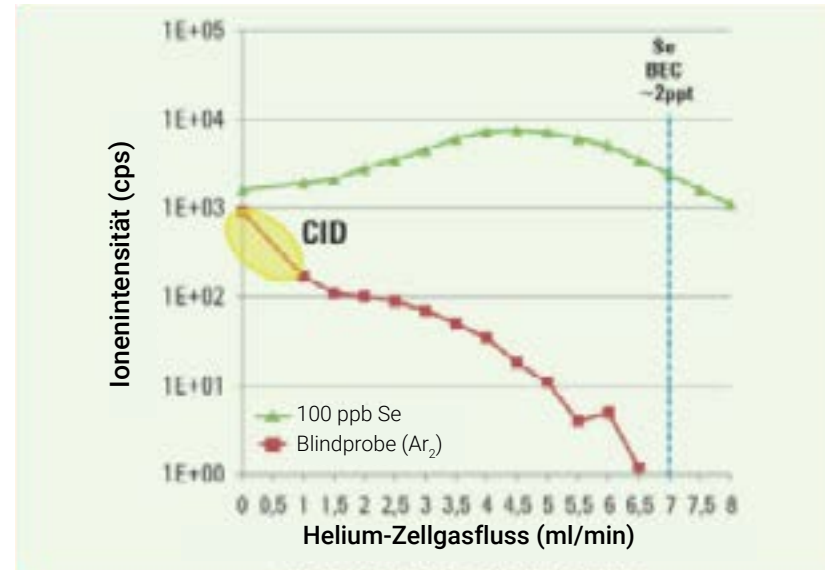
Verwendung des Heliummodus zur Vermeidung von Interferenzen durch Molekülionen

Die Vermeidung von Interferenzen durch Molekülionen ist eine entscheidende Anforderung für die meisten ICP-MS-Methoden. Interferenzen können in Lebensmittel- und Umweltapplikationen problematisch sein, da die Proben einen oftmals hohen, variablen und komplexen Matrixanteil haben. Agilent ICP-MS-Systeme bieten eine einfache und zuverlässige Lösung für übliche Interferenzen durch Molekülionen an, indem sie eine Kollisions-/Reaktionszelle (CRC) verwenden, die für den Helium(He)-Kollisionsmodus optimiert ist.

Die meisten Kollisions-/Reaktionszellen (CRCs) können sowohl im Kollisionsmodus als auch im Reaktionsmodus eingesetzt werden, obwohl das Zelldesign gegebenenfalls für den einen oder den anderen Modus eine bessere Leistung liefert. Der Modus (Kollisions- oder Reaktionsmodus) hängt davon ab, ob der Zelle ein inertes Gas (wie He) oder ein reaktives Gas (wie H_2 , O_2 , NH_3 usw.) zugeführt wird. Für routinemäßige Multielementanalysen ist der (He-)Kollisionsmodus sehr viel universeller einsetzbar als ein Modus mit reaktivem Zellgas. Daher ist der He-Modus für Multielementanalysen und für verschiedenartige und unbekannte Proben typen besser geeignet.

Der He-Modus nutzt die Diskriminierung der kinetischen Energie (Kinetic Energy Discrimination, KED), um Molekülionen herauszufiltern und nur Atomionen durch die Zelle gelangen zu lassen. Die KED ist ein physikalisches Verfahren, das die Tatsache ausnutzt, dass mehratomige (Molekül-)Ionen einen größeren Querschnitt als Atomionen mit gleicher Masse haben. Aufgrund dieser Tatsache kollidieren die Molekülionen häufiger mit dem Zellgas und verlieren mehr Energie, sodass sie mit Hilfe einer Vorspannung am Zellenausgang aussortiert werden können. Der He-Kollisionsmodus ist für alle typischen Überlagerungen von Molekülionen wirksam, sodass er bei den meisten Elementen funktioniert und für ein breites Spektrum an Proben typen mit komplexen und unbekanntem Matrices angewendet werden kann. Häufig auftretende Interferenzen durch Molekülionen aus der Matrix werden vermieden und ermöglichen die Messung der bevorzugten Isotopen aller typischen Analyten. Der He-Modus vermeidet auch häufig auftretende Molekülionen-Überlagerungen bei sekundären Qualifizierisotopen. Die Messung von Qualifizierisotopen verlängert Ihre Analysendauer um wenige Sekunden, ermöglicht aber, dass Sie das mit dem primären Isotop erzielte Ergebnis bestätigen. Die Verwendung eines zweiten Isotops wird in einigen regulierten Methoden der Umweltanalytik und der pharmazeutischen Industrie sogar empfohlen, wobei die zusätzlichen Isotope dazu verwendet werden, die Ergebnisse zu bestätigen.

Die Verwendung einer einzigen Methode im Heliummodus mit der Kollisions-/Reaktionszelle spart viel Zeit, da das Aufsetzen der Methode vereinfacht und auch die Zeit zwischen den Analysen der Proben reduziert wird. Verwenden Sie für unterschiedliche Analyten verschiedene Zellgase, gibt es eine Verzögerung bei der Evakuierung der Zelle und beim Wechsel des Zellgases. Diese verlängert die Gesamtdauer der Analysen im Vergleich zur Verwendung von Helium für alle Analyten erheblich.



Die Reduzierung der Interferenz durch Ar_2 auf Se ist ein gutes Beispiel dafür, wie der Heliummodus Interferenzen durch Molekülionen reduzieren kann. Mit einer Heliumflussrate von 7 ml/min wird das Auftreten von Ar_2 auf ein Maß reduziert, in dem es nur einen geringen Beitrag zum Signal von ^{76}Se leistet.

Während der Heliummodus für häufig auftretende Molekülionen-Überlagerungen gut geeignet ist, kann er isobare Überlagerungen oder Interferenzen durch doppelt geladene Ionen nicht auflösen. Für einen Analyten in sehr geringer Konzentration und für ungewöhnliche Überlagerungen kann ein Reaktionsgas die Interferenzen unter Umständen besser vermeiden und so zu niedrigeren Nachweisgrenzen führen. Der Reaktionsmodus ist jedoch im Allgemeinen nicht anwendbar für Multielementanalysen mit Single-Quadrupol-ICP-MS-Systemen. Bei einem Single-Quadrupol-ICP-MS können Reaktionsgase zu anderen Fehlern führen wie beispielsweise zur Bildung von Ionen von Reaktionsprodukten, die mit anderen Analyten überlappen.

Die Möglichkeit, die Reaktionschemie in der Kollisions-/Reaktionszelle zu steuern, ist ein großer Vorteil der Triple-Quadrupol-ICP-MS (ICP-QQQ). Die ICP-QQQ-Systeme verwenden einen zusätzlichen Schritt der Massen-selektierung (Q1), um zu steuern, welche Ionen in die Zelle gelangen und reagieren, sodass Überlagerungen, die den Reaktionsmodus bei einem Single-Quadrupol-Gerät beeinträchtigen, vermieden werden.

Hinweis: Derzeit ist die Verwendung von Zellgasen bei der Analyse von Trinkwasser nach Methode 200.8 von der US EPA nicht zugelassen. Zellgase sind bei der Analyse anderer Proben typen wie Grund- und Abwasser erlaubt, bei denen die komplexere Matrix mit einer größeren Wahrscheinlichkeit zu Interferenzen durch Molekülionen führt, die vom Heliummodus vermieden werden.

Interferenzen durch doppelt geladene Ionen korrigieren

Bestimmte, eher unübliche Kombinationen von Matrix- und Analytkonzentrationen können Interferenzen durch doppelt geladene Ionen hervorrufen, die nicht durch die Verwendung des Heliummodus vermieden werden können. Einige Elemente, darunter Barium (Ba) und Seltenerdelemente wie Nd, Sm und Gd haben relativ niedrige Ionisierungspotentiale für die zweite Ionisierung. Das bedeutet, dass diese Elemente im Plasma einen kleinen Prozentsatz an doppelt geladenen Ionen bilden. Interferenzen durch doppelt geladene Ionen sind viel weniger problematisch als Interferenzen durch Molekülionen, sie können aber die Analyse von Spuren von Arsen und Selen beeinträchtigen, wenn eine Probe relativ hohe Konzentrationen an Seltenerdelementen enthält. Erfordert Ihre Applikation die Analyse von As und Se im Spurenbereich, kann der Beitrag von doppelt geladenen Seltenerdelementen mit der „Half-Mass-Korrektur“, die in der Agilent ICP-MS-MassHunter-Software integriert ist, korrigiert werden. Enthalten Ihre Proben Barium oder Seltenerdelemente, verbessert die Verwendung der Half-Mass-Korrektur am ICP-MS die Genauigkeit und senkt die Nachweisgrenzen für Arsen und Selen.

Geeignete interne Standards auswählen

Vordefinierte Methoden des Agilent 7850 für bestimmte Applikationen enthalten vordefinierte interne Standards (ISTD), die für typische Proben, die mit dieser Applikation analysiert werden, als geeignet gelten. Für neue Proben typen und allgemeine Methoden kann die Auswahl geeigneter interner Standards dazu beitragen, genaue und stabile Analysen sicherzustellen. Sind die Elemente des internen Standards nicht im Rahmen einer regulierten Methode festgelegt, können Sie ein paar einfache Faustregeln für die Auswahl geeigneter Elemente verwenden:

- Sie sollten nicht in Ihren Proben vorkommen.
- Sie sollten im gleichen Massenbereich liegen wie die Analyten, die sie korrigieren.
- Ihr Ionisierungspotential sollte ähnlich sein wie das Ionisierungspotential der Analyten, die sie korrigieren.
- Sie sollten chemisch kompatibel mit Ihren Analytelementen und chemisch stabil sein.
- Sie sollten wahrscheinlich nicht durch Interferenzen mit Elementen in Ihren Proben typen beeinträchtigt werden².
- Sie sollten wahrscheinlich keine Interferenzen mit Ihren Analytelementen verursachen².

Häufig ist es nicht möglich, interne Standards zu finden, die sowohl für die Masse als auch das Ionisierungspotential aller Analyten optimal geeignet sind, sodass ein Kompromiss erforderlich ist. Einfache Probenmatrices wie beispielsweise Trinkwasser können häufig mit nur einem internen Standard mit mittlerer Masse erfolgreich analysiert werden. Die Genauigkeit und Stabilität von Analysen komplexer Proben mit hohem Matrixanteil können häufig verbessert werden, indem mehrere interne Standards verteilt über den Massenbereich und mit unterschiedlichen Ionisierungspotentialen verwendet werden.

2. Bei modernen ICP-MS-Systemen können die zuletzt genannten beiden Kriterien meist ignoriert werden. Eventuelle Überlappungen mit Molekülionen, die mit Elementen der internen Standards auftreten oder durch sie verursacht werden, sollten durch die Verwendung des Heliummodus vermieden werden.



Verhältnis von Masse
zu Ladung: 66

Verhältnis von Masse
zu Ladung: 66

Die Quadrupol-Massenfilter in ICP-MS-Geräten trennen Ionen nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung (m/z). Da $^{66}\text{Zn}^+$ und $^{132}\text{Ba}^{2+}$ das gleiche Verhältnis von Masse zu Ladung haben (m/z von 66), kann ein Quadrupol-Massenfilter nicht zwischen ihnen unterscheiden.

Alle Einzelheiten darüber, wie die Half-Mass-Korrektur Interferenzen durch doppelt geladene Ionen vermeidet, finden Sie in der technischen Übersicht von Agilent: [„Simplifying Correction of Doubly Charged Ion Interferences with Agilent ICP-MS MassHunter“](#)

Ein interner Standard, der optimal an die Masse angepasst ist, ergibt eine bessere Korrektur der Signaldrift aufgrund der Masse, während ein interner Standard, der optimal an das Ionisierungspotential angepasst ist, eine bessere Korrektur für die Ionisationsunterdrückung ergibt. Welcher dieser Faktoren wichtiger oder weniger wichtig ist, hängt von Ihren Probenotypen und der Justierung ab, insbesondere von der Robustheit des Plasmas. Ein robustes Plasma reduziert sowohl die Signaldrift als auch die Signalunterdrückung, sodass die Notwendigkeit für optimal angepasste interne Standardelemente geringer ist.

Sind die internen Standards und die internen Analytstandards definiert, können sie im Allgemeinen in die Methode integriert und für nachfolgende Analysen in die Vorlage für Probenchargen geschrieben werden.

Wie in „[Verwendung des Heliummodus zur Vermeidung von Interferenzen durch Molekülonen](#)“ erörtert, können durch die Verwendung eines ICP-MS mit einer Kollisions-/Reaktionszelle, die für den Heliummodus optimiert ist, die meisten Interferenzen durch Molekülonen vermieden werden, einschließlich derer, die an oder von internen Standards verursacht werden. Der Betrieb des Plasmas unter robusten Bedingungen (geringes CeO/Ce-Verhältnis) reduziert die Bildung von Molekülonen. Die Verwendung dieser zwei Ansätze im Rahmen der Methodenentwicklung eröffnet Ihnen mehr Wahlmöglichkeiten bei der Auswahl zuverlässiger Elemente als interne Standards.

Eine einfache Art und Weise zur Verbesserung der chemischen Stabilität

Viele Jahre lang war HNO_3 die bevorzugte Säure bei der Vorbereitung von Proben für die Analyse mittels ICP-MS. Die alleinige Verwendung von HNO_3 vermeidet Interferenzen durch Molekülonen, die bei Verwendung anderer Säuren wie H_2SO_4 und HCl entstehen können. Die Abwesenheit von HCl verursacht jedoch bei mehreren Elementen zahlreiche andere Probleme:

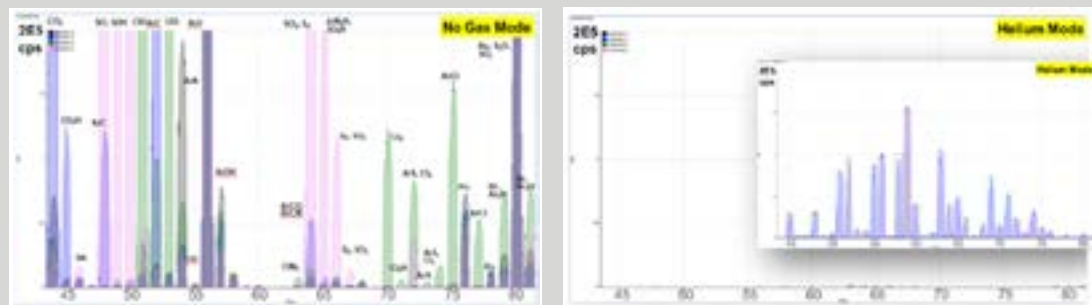
- Schlechte Extraktionseffizienz bei der Vorbereitung (z. B. für Sn in Bodenextrakten).
- Schlechte Stabilität vieler Elemente (Hg, Sn, Mo, W, Ag, As, Se, Metalle der Platingruppe, Seltenerdelemente).
- Schlechte Linearität und Stabilität vieler Elemente in Standardlösungen durch das fehlende Vorliegen von Ionen/Liganden.
- Langsame Stabilisierung und Spülung.

Die Verwendung eines ICP-MS im Helium-Kollisionsmodus vermeidet Molekülonen mit Beteiligung von Cl und ermöglicht die routinemäßige Zugabe von HCl zu Ihren Proben und Standards (mindestens 0,5 %). So können die aufgeführten Probleme überwunden werden und die Probenvorbereitung und Methodenentwicklung wird einfacher.

Mit dem Kollisions-/Reaktionsmodus bekommen Sie Überlappungen mit Molekülonen in den Griff

Ein großer Vorteil der ICP-MS besteht in ihren einfachen Spektren. Jedes natürlich vorkommende Element (außer Indium) hat mindestens ein Isotop (eine Masse), bei dem keine direkte Überlappung mit einem anderen Element auftritt. Diese „freien“ Isotope werden gewöhnlich als bevorzugte Isotope für ICP-MS-Analysen definiert, obwohl sie nicht immer die am häufigsten auftretenden Isotope sind. Praktisch bedeutet dies, dass die meisten spektralen Störungen, die ICP-MS-Analysen beeinträchtigen, auf Überlappungen mit Molekülonen zurückzuführen sind.

Analytiker müssen sich dessen bewusst sein, dass viele häufig auftretende Überlappungen mit Molekülonen von der Probenmatrix verursacht werden, sodass Interferenzen je nach Probenotyp variieren und schwer vorherzusagen sind. Die aktuellen ICP-MS-Geräte können die Überlappungen mit Molekülonen mit einer Kollisions-/Reaktionszelle im Helium-Kollisionsmodus in der Regel in den Griff bekommen. Der Effekt des Heliummodus auf eine Reihe von typischen Molekülonen ist unten veranschaulicht.



Die Spektren zeigen die Molekülonen des Untergrunds, die von verschiedenen, häufig verwendeten Matrixkomponenten gebildet werden, mit folgender Farbkodierung: HNO_3 (grau), HCl (grün), H_2SO_4 (pink) und Isopropylalkohol (blau). Das linke Spektrum zeigt das ausgeprägte Vorhandensein von Molekülonen der Matrix im Modus ohne Gas, während das Spektrum auf der rechten Seite dieselbe Probe zeigt, dieses Mal im Helium-Kollisionsmodus gemessen. Alle Interferenzen durch Molekülonen werden im Heliummodus auf ein vernachlässigbares Niveau reduziert, was eine störungsfreie Analyse ermöglicht. Das eingeschobene Spektrum zeigt die gleiche Mischung von Matrices, die jeweils mit 10 ppb der ersten Reihe der Übergangselemente versetzt ist, ebenfalls im Heliummodus gemessen. Für alle Analyten wird eine gute Empfindlichkeit erzielt und alle Isotope entsprechen dem theoretischen Abundanz-Muster.

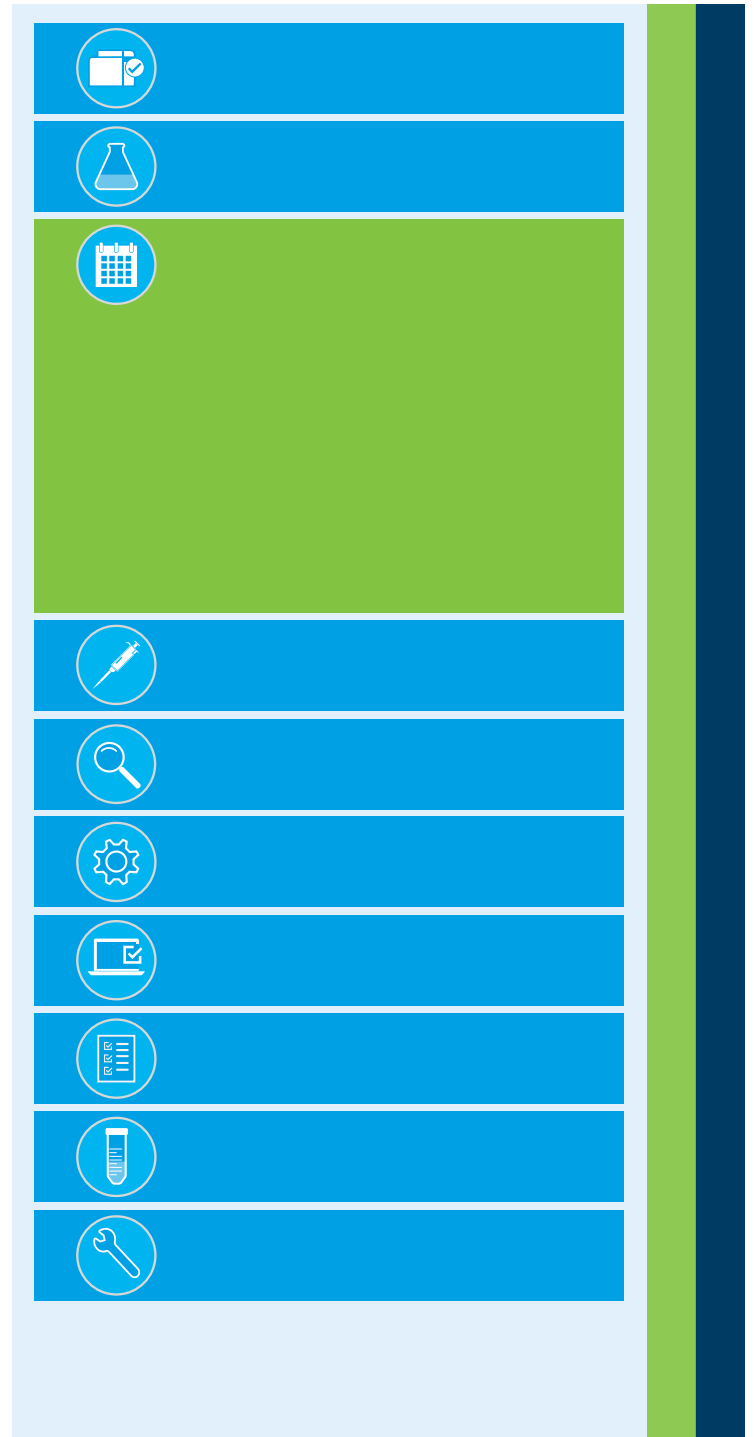
Tägliche Prüfung, Reinigung und Justierung

Die Zeitfalle

Nahezu 10 % der Serviceeinsätze³ werden erforderlich, weil Routine-Reinigungsmaßnahmen nicht durchgeführt wurden. Einigen Laboren ist bewusst, dass die Verbesserung des Zeitplans für Routinewartung dazu beitragen würde, verschwendete Zeit durch unnötiges Warten auf einen Servicetechniker zu vermeiden. Es gibt sechs Bereiche, an die Analytiker bei der regelmäßigen Reinigung und Wartung des ICP-MS denken sollten.

1. Die Probensonde und die Schläuche der Probenaufnahme
2. Die Schläuche der peristaltischen Pumpe und die Spannung der Pumpenklammer
3. Zerstäuber, Zerstäuberkammer, Transferleitung und Plasmafackel
4. Die Interfacekonen
5. Die Ionenlinse
6. Die Öl- und Luftfilter der Vakuumpumpe

³ Zahl basiert auf Serviceeinsatzdaten von Agilent.



Die Lösungen

Zerstäuberprobleme vermeiden

Ein teilweise verstopfter Zerstäuber verursacht eine schlechte Empfindlichkeit, eine schlechte Präzision und eine Signaldrift. Die Mikrodurchfluss-Zerstäuber, die meist bei ICP-MS-Systemen verwendet werden, tolerieren suspendierte Feststoffteilchen (Schwebstoffe) nicht.

Maßnahmen, um Verstopfungen am Zerstäuber zu verhindern:

- Stellen Sie sicher, dass die Proben aufgeschlossen und filtriert sind, oder dass suspendierte Feststoffteilchen sich vor der Analyse abgesetzt haben.
- Spülen Sie mindestens 10 Minuten lang mit Reagenzblindprobe, bevor Sie das Plasma löschen (dies sollte in der Gerätesoftware konfiguriert werden können).
- Verwenden Sie nur fusselfreie Reinigungstücher.
- Verwenden Sie ein Reinigungswerkzeug für Zerstäuber, um mit einem geeigneten Reinigungsmittel eine Rückspülung im Zerstäuber durchzuführen. Dies entfernt Partikelablagerungen und reinigt die Zerstäuberdüse gründlich. Das Reinigungswerkzeug für Zerstäuber ist bei Agilent unter der Bestellnummer [G3266-80020](#) erhältlich.

Andere Probleme mit Glasteilen verhindern (Zerstäuberkammer, Transferleitung und Fackel)

Eine verschmutzte Zerstäuberkammer führt zu schlechter Präzision. Die kurzfristige Entwicklung der Präzision kann mit Hilfe einer terminierten Leistungsüberprüfung überwacht werden, die vor und/oder nach der Analyse durchgeführt wird, oder indem die relative Standardabweichung für die Replikate einer Probe überprüft wird. Die mittelfristige Entwicklung der Präzision kann durch die Verwendung einer Qualitätskontrolllösung überwacht werden, wobei diese Maßnahmen nur darauf hinweisen, dass ein Problem aufgetreten ist. Sie verhindern das Problem jedoch nicht.

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, zeigt dies, dass die Zerstäuberkammer verschmutzt ist.

4. Twister-Zerstäuberkammern sind bei Agilent ICP-MS-Geräten nicht erforderlich.

Proben, die viel organisches Material wie beispielsweise Öle enthalten, stellen ein Problem dar, da sie eine Kontamination der Zerstäuberkammer verursachen. Die Analyse von Proben mit hohem organischen Anteil verursacht, dass der Abfluss aus der Zerstäuberkammer ungleichmäßig ist und die Spülung unzureichend. Spülen Sie am Ende einer Analyse das System einige Minuten lang mit einer sauberen Waschlösung, um die Zerstäuberkammer zu reinigen. Einige Labore verwenden für Proben mit hohem Anteil an organischen Materialien oder für Matrices mit hohem Salzgehalt gesonderte Komponenten zur Probenezufuhr. Die speziell dafür vorgesehenen Komponenten zur Probenezufuhr können bei Bedarf installiert werden. So wird die Lebensdauer des Probenaufgabensystems, das für die Routineproben verwendet wird, verlängert.

Unterschiedliche Typen von Zerstäuberkammern haben unterschiedliche Spülcharakteristika, aber sie sollten nicht einzeln betrachtet werden. Die kürzere Weglänge und der größere Bereich der Tröpfchengröße einer Twister-Zerstäuberkammer⁴ sorgen dafür, dass mehr Lösung durch die Zerstäuberkammer spült. Dies kann das Ausspülen verbessern, erhöht aber auch die Matrixbelastung und die Menge an Oxiden, die im Plasma gebildet wird. Das führt wiederum zu einem weniger robusten Plasma, einem schlechteren Abbau der Matrix, einem höheren Maß an Interferenzen sowie einer geringeren Ionisation. Diese Nachteile können insgesamt die Vorteile der Spülung überwiegen.

Nehmen Sie die Reinigung der Glasteile in den Zeitplan Ihrer Routinewartung auf. Falls verfügbar, ist es sinnvoll, zu Beginn und am Ende der täglichen Analysen einen Geräteleistungstest durchzuführen. Damit können Sie die Systemleistung einfach überwachen, um sicherzustellen, dass das ICP-MS den Spezifikationen des Herstellers entspricht.



Eine übermäßige Bildung von Tröpfchen in der Zerstäuberkammer ist ein Zeichen dafür, dass die Zerstäuberkammer gereinigt werden muss.

Um Analytiker dabei zu unterstützen, den Wartungsplan einzuhalten, kann das System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF) der Agilent ICP-MS-Software verwendet werden. Mit ihm können Warnmeldungen für das Durchführen von Routinewartungsaufgaben wie beispielsweise das Reinigen der Zerstäuberkammer festgelegt werden. Wenn Sie Öle, Lebensmittelproben oder Proben mit hohem Matrixanteil analysieren, können Sie den Timer des EMF anpassen, sodass die für Ihre speziellen Probentypen erforderlichen Wartungsintervalle gewährleistet sind. Analog können Sie den Timer auf längere Intervalle einstellen, wenn Sie sauberere Proben analysieren, sodass Sie keine Zeit damit verschwenden, unnötige Wartungsmaßnahmen durchzuführen.

Pflege der Pumpenschläuche

Der Verschleiß von Pumpenschläuchen ist ein Problem, das in vielen Laboren unterschätzt wird. Analytiker lassen verschlissene Pumpenschläuche häufig in Gebrauch und sind sich der Auswirkungen, die dies auf die Datenqualität hat, nicht bewusst. Wenn ein Pumpenschlauch nicht rechtzeitig ausgetauscht wird, kann er Signalinstabilität, Drift und Ungenauigkeiten sowie Probleme mit der chemischen Stabilität wie beispielsweise langsame Stabilisierung und Verschleppung von Analyten verursachen. Das Austauschen verschlissener Schläuche ist eine einfache und preisgünstige Wartungsaufgabe. Jedoch kann ein zu häufiger Austausch von Pumpenschläuchen die Kosten für Verbrauchsmaterialien erhöhen und Zeit verschwenden.

Undichte Verbindungen, eine falsche Spannung und Luftblasen sind Probleme, die bei schlecht gewarteten Probenaufnahme- und Pumpenschläuchen auftreten können. Wenn Analytiker unter Zeitdruck sind, vergessen sie vielleicht, die Schläuche der peristaltischen Pumpe wieder zu einzuspannen, bevor sie eine Probe analysieren, oder sie installieren den Abflussschlauch der Pumpe möglicherweise falsch herum.

Ein verschlissener, undichter oder schlecht sitzender Schlauch in der peristaltischen Pumpe führt zu einer schlechten Empfindlichkeit und einer Drift im Analysenverlauf, da sich die Pumpeffizienz 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 durch Warten auf das Ergebnis viel Zeit 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. Sollten Sie in Bezug auf den Zustand des Schlauchs Zweifel haben, tauschen Sie ihn aus. Regelmäßige Überprüfungen reduzieren die Gefahr, dass Sie Proben aufgrund von Problemen mit den Pumpenschläuchen erneut messen müssen. Neue Schläuche sollten vor dem



Regelmäßige Überprüfungen des Schlauchs der peristaltischen Pumpe auf Abnutzung, Verfärbung, Flexibilität und runde Form tragen dazu bei, dass die Probe problemlos, konsistent und ohne Pulsation zum Zerstäuber geleitet wird.

Gebrauch auch vorkonditioniert werden. Achten Sie bei der Installation neuer Schläuche darauf, dass sie gleichmäßig über den Pumpenrollen liegen, und installieren Sie sie nicht mit zu viel Spannung. Stellen Sie den Druck auf den Schlauch so ein, dass er einen gleichmäßigen Probenfluss ermöglicht, und pumpen Sie einige Minuten lang die Lösung der Blindprobe durch den neuen Schlauch, damit die innere Oberfläche gereinigt und konditioniert wird.

Die meisten Geräte haben eine Funktion, mit der sich die Pumpe äußerst langsam dreht, wenn das Gerät nicht aktiv ist, beispielsweise nach der Fertigstellung von unbeaufsichtigten Analysen über Nacht. Dies verhindert, dass sich gequetschte Abschnitte bilden, an denen der Schlauch von den Pumpenrollen zusammengedrückt wird. Achten Sie darauf, dass diese Funktion aktiviert ist, wenn Ihr ICP-MS nicht ständig verwendet wird.

Das System zur Meldung vorbeugender Wartungen des Agilent 7850 ICP-MS kann den Benutzer dazu auffordern, Wartungsmaßnahmen am Pumpenschlauch vorzunehmen. Die EMF-Warmmeldung 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 Warmmeldung kann so eingestellt werden, dass der Wert zur Art der Probenmatrix passt. Analysieren Sie Lösungen mit verdünnter Salpetersäure/Salzsäure, können Sie den Zähler für die Warmmeldung auf einen Hinweis nach 2000 bis 3000 Proben einstellen. Verwenden Sie eine höhere Säurekonzentration, müssen Sie den Zähler für die Warmmeldung gegebenenfalls auf eine kleinere Zahl, beispielsweise nach 1000 Proben, einstellen.

Bei untypischen Probenarten sollten Sie darüber nachdenken, welche Art von Pumpenschlauch Sie verwenden. Der Probenaufnahmeschlauch muss gegenüber der Probenmatrix chemisch beständig sein, sodass für organische und wässrige Lösungen in der Regel unterschiedliche Arten von Pumpenschlauch erforderlich sind. 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 bei der Exposition gegenüber vielen organischen Lösemitteln schnell, sodass der Pumpvorgang schlecht läuft oder sogar ganz zusammenbricht. Viele Labore, die organische Lösemittel analysieren, vermeiden völlig die Verwendung von Pumpenschläuchen und verwenden die Selbstansaugung, um die Probe in den Zerstäuber zu bringen. 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, wenn das Gerät über Nacht keine unbeaufsichtigten Analysen durchführt. 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.

Im Allgemeinen verursacht ein verschlissener Pumpenschlauch eine Erhöhung der relativen Standardabweichung sowie eine schlechte Spülung und das Auftreten von Untergrundsignalen. Eine Erhöhung der relativen Standardabweichung des gemessenen Signals kann verschiedene Ursachen haben, aber das ICP-MS kann Sie auf mögliche Probleme hinweisen, indem es Ergebnisse markiert, bei denen der vom Nutzer festgelegte Grenzwert für die relative Standardabweichung überschritten ist. Diese Markierungen werden beispielsweise angezeigt, wenn Sie die Ausreißer-bedingte Formatierung (outlier conditional formatting, OCF) in der Ergebnistabelle des Agilent 7850 verwenden. Wird eine Warnmeldung ausgelöst, haben Sie die Chance, das Problem zu beheben, bevor die Probenserie fertiggestellt ist und sie nach dem Austausch des Pumpenschlauchs erneut gemessen werden muss.

Pflege der Interfacekonden und der Ionenlinse

Ablagerungen der Matrix auf den Interfacekonden und schmutzige Ionenlinsen können geringe Empfindlichkeit, schlechte langfristige Präzision und einen erhöhten Untergrund verursachen.

Die geringere Empfindlichkeit und der erhöhte Untergrund sind bei den täglichen Geräteleistungsüberprüfungen, die viele Labore durchführen, leicht erkennbar. Sie können schnell eine Sichtprüfung der Konden durchführen, wenn

die Leistungsergebnisse darauf hinweisen, dass ein Problem vorliegen könnte. Der Einsatz einer Lupe ist dabei hilfreich, um die Konusoberfläche genau zu überprüfen. Überprüfen Sie auf Matrixablagerungen an der Spitze und ob es Beschädigungen an der Öffnung oder eine Vergrößerung der Öffnung gibt.

Analysieren Sie Proben mit hohem Matrixanteil, entstehen schneller Ablagerungen der Matrix an den Interfacekonden. Das ist ein Grund dafür, dass für Proben mit hohem Matrixanteil robustere Plasmabedingungen (geringeres CeO/Ce-Verhältnis) verwendet werden, um sicherzustellen, dass die Matrix so gut wie möglich abgebaut wird. Bei Routineanalysen von Proben mit hohem Matrixanteil ist es ratsam, die Konden jeweils nach 500 bis 1000 Proben zu überprüfen. Sind Ablagerungen erkennbar, bauen Sie die Konden aus und behandeln Sie sie in einem Wasserbad mit Ultraschall. Trocknen Sie die Konden und installieren Sie sie wieder am Gerät. Beachten Sie, dass es vorteilhaft ist, die sauberen Konden zu konditionieren. Damit gewährleisten Sie die Stabilität der nächsten Analyse. Nach der Reinigung der Konden oder nach der Installation neuer Konden ist es vorteilhaft, sie wieder zu konditionieren, indem Sie 10 bis 15 Minuten lang eine Probenmatrix wie beispielsweise einen Mineralwasser- oder einen Matrixstandard wie den EPA ICS ansaugen.

Es ist auch empfehlenswert, die Konden zu reinigen, wenn Sie unterschiedliche Probentypen analysieren, bei denen Sie in einem Probentyp ein Mengenelement untersuchen und im nächsten Probentyp ein Spurenelement. In manchen Fällen kann es sogar ratsam sein, für sehr inkompatible Probentypen speziell dafür vorgesehene Konden zu verwenden. Dieser Vorschlag gilt auch für andere Komponenten des Probenaufgabesystems.

Pumpen

Die Häufigkeit, mit der Sie Pumpenöl und Ölnebelfilter austauschen müssen, hängt vom Probentyp ab, den Sie üblicherweise untersuchen. Die Analyse von Proben mit hohem Matrixanteil oder die Verwendung von Plasmabedingungen, die keinen angemessenen Abbau der Probenmatrix ergeben, führen dazu, dass häufiger eine Wartung der Pumpe erforderlich ist.

Häufigkeit für Gerätejustierung reduzieren

Eine einfache Art, die Notwendigkeit für eine Justierung des Geräts bei Analysen von Proben mit hohem Matrixanteil zu reduzieren, ist die Verwendung eines robusten Plasmas (Hochenergieplasma). Die hohe Energie des Plasmas baut die Matrix ab, sodass diese sich nicht an den Interfacekonden ablagert, wo sie sonst eine Signaldrift verursachen könnte, die ihrerseits eine Neujustierung des Geräts erforderlich macht.

Selbstdiagnostetests des Geräts verwenden

Viele ICP-MS-Geräte verfügen über Sensoren und Zähler, die Sie darauf hinweisen, wann Wartungsaufgaben durchgeführt werden sollten. Siehe [„Richtige Nutzung der vorbeugenden Wartung“](#).

Vorbereitung der Proben/der Standards

Die Zeitfalle

Die Vorbereitung von Proben und Standards wurde in einer Online-Umfrage zur größten Zeitfalle für ICP-MS-Analysen gewählt. Analytiker müssen Proben häufig in mehreren Verdünnungen herstellen und verschiedene Kalibrierungsniveaus verwenden, um dem für jedes Element erwarteten Konzentrationsbereich Rechnung zu tragen. Es überrascht also nicht, dass die Probenvorbereitung so viel Zeit beansprucht. Fehler bei der Vorbereitung, das Screening von Proben zur Bestimmung des Matrixniveaus, QC-Fehler und Wiederholungsanalysen nach Ergebnissen über dem zulässigen Bereich führen zu noch mehr Arbeitsaufwand.



Die Lösungen

Kalibrierprobleme verhindern

Probleme bei der Kalibrierung sind eine häufige Ursache für fehlerhafte Analysen. Wir treffen häufig Analytiker, die nicht wissen, was mit ihren Ergebnissen nicht stimmt, und finden dann heraus, dass das Problem z. B. durch einen einfachen Fehler bei der Standardherstellung verursacht wurde. Dies kann zum Beispiel durch eine falsch kalibrierte Pipette, eine Kontamination durch schlecht gereinigte Geräte, Probleme mit der chemischen Stabilität oder durch die versehentliche Verwendung der falschen Stammlösung geschehen.

Menschliche Fehler auszuschalten ist wichtig, um Fehler bei der Kalibrierung zu reduzieren. Gute Schulung und Dokumentation leistet einen großen Beitrag, um sicherzustellen, dass Ihr Labor nicht unter diesen Problemen leidet.

Aufsichtsbehörden wie die US EPA treiben die gute analytische Praxis voran. In regulierten Methoden gibt es integrierte Qualitätskontrollen (QK), deren Ziel es ist, Kalibrierungsfehler zu verhindern oder zu erkennen. Viele Methoden der US-EPA für Umweltproben enthalten beispielsweise Prüflösungen sowohl für eine anfängliche Überprüfung der Kalibrierung (Initial Calibration Verification, ICV) als auch für eine ständige Überprüfung der Kalibrierung (Continuing Calibration Verification, CCV). Diese Standards zur Qualitätskontrolle, – die aus einer anderen Quelle hergestellt werden als die Kalibrierlösungen –, bieten eine unabhängige Überprüfung der Validität der Kalibrierung. Moderne Geräte haben üblicherweise Vorlagen für Methoden, die diese Arten von Standard zur Qualitätskontrolle sowie geeignete Überprüfungen und Maßnahmen zur Qualitätskontrolle vordefinieren, was das Aufsetzen der Methode vereinfacht. Diese Metriken der Qualitätskontrolle können auch dazu herangezogen werden, die Genauigkeit der Kalibrierungen von nicht regulierten Methoden sicherzustellen.

Der Einsatz eines Geräts mit großem linearen Messbereich trägt darüber hinaus dazu bei, die für die Erstellung von Kalibrierungen benötigte Zeit samt Aufwand zu reduzieren. Erhalten Sie über einen großen Konzentrationsbereich ein lineares Detektorsignal, können Sie anstelle von spezifischen Kalibrierungen für unterschiedliche Niveaus an Mengenelementen in unterschiedlichen Probenotypen ein einziges allgemeines Kalibrierungsset vorbereiten. Sie werden so in der Lage sein, unter Verwendung derselben Kalibrierung ein Element in einer Probe im ppb-Bereich und dann das gleiche Element in der nächsten Probe im Prozentbereich zu messen. Dies schafft erhebliche Zeiteinsparungen im Vergleich zur Verwendung von unterschiedlichen Kalibrierungssets für jedes Set an Probenotypen.

Fehler durch Ergebnisse außerhalb des zulässigen Bereichs verhindern

Ein Fehler durch ein Ergebnis außerhalb des zulässigen Bereichs tritt dann auf, wenn der Messwert für eine Probe außerhalb des Messbereichs des Detektors oder oberhalb des höchsten Kalibrierungsstandards für den Analyten liegt. Wenn das Plasma und der Detektor hohe Konzentrationsniveaus tolerieren, können Fehler durch Ergebnisse außerhalb des zulässigen Bereichs vermieden werden, indem ein Standard mit hoher Konzentration für den höchsten Punkt der Konzentrationskurve vorbereitet wird. Bei einem Detektor mit einem dynamischen Bereich von 10 oder 11 Größenordnungen kann Ihr höchster Standard mehrere Hundert ppm für Elemente enthalten, von denen Sie hohe Konzentrationen in Ihren Proben erwarten. Diese erweiterte Kalibrierung bewahrt Sie davor, dass sich ein Analyseergebnis außerhalb des Messbereichs befindet. Das Verhindern von Ergebnissen außerhalb des zulässigen Bereichs vermeidet die Zeitfalle, dass Proben verdünnt und erneut gemessen werden müssen.

Manche Analytiker bereiten routinemäßig mehrere Verdünnungen für jede Probe vor, um sicherzustellen, dass Spuren- und Mengenelemente innerhalb des Messbereichs des Detektors liegen. Für die Analyse der Spurenelemente wird eine weniger verdünnte Lösung vorbereitet, während für die Mengenelemente eine verdünntere Lösung verwendet wird. Das Agilent 7850 ist ein Gerät, mit dem die Notwendigkeit für eine zusätzliche Verdünnung normaler ICP-MS-Probenotypen durch den Einsatz eines Ultra High Matrix Introduction (UHMI) Systems praktisch nicht mehr auftritt. Das UHMI-System verdünnt das Proben-Aerosol auf dem Weg von der Zerstäuberkammer zur Fackel und macht damit ein manuelles Verdünnen überflüssig und vermeidet die Kosten für ein herkömmliches Verdünnungssystem. Mit dem UHMI-System kann das 7850 ICP-MS eine Bandbreite von Probenmatrices tolerieren, die bis zu 25 % Salzfracht (Total Dissolved Solids, TDS) enthalten, ohne dass jede Probe auf eine Zielkonzentration bei der Salzfracht verdünnt werden muss. Die Einstellungen für die Verdünnung mit dem Aerosol werden kalibriert und gespeichert. Damit können nach Bedarf eine Reihe von voreingestellten Verdünnungsfaktoren für den Probenotyp oder die Probenotypen, den/die Sie messen, ausgewählt werden.



Das Agilent Ultra High Matrix Introduction (UHMI) System kann zuverlässig schwierige Probenmatrices mit bis zu 25 % Gesamtsalzfracht (TDS) bearbeiten. Die Verwendung des UHMI-Systems reduziert die Probenvorbereitungszeit und eliminiert Fehler und erzielt so eine bessere langfristige Stabilität der Analysen.

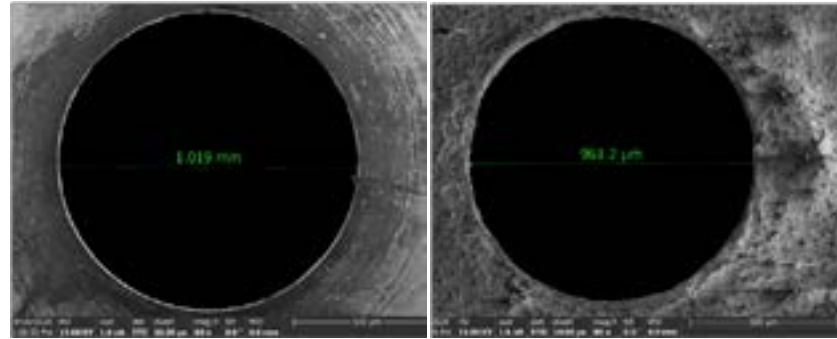
Der Einsatz eines ICP-MS-System mit hoher Toleranz gegenüber hohen Salzlasten bedeutet, dass Sie einen Standardansatz für die Probenvorbereitung verwenden können. Sie können z. B. ein bestehendes Probenvorbereitungsverfahren für die ICP-OES auch für die ICP-MS verwenden. Für eine noch größere Zeitersparnis kann eine optimierte ICP-MS-Methode häufig alle Elemente (Mengen- und Spurenelemente sowie Hydridbildner und Quecksilber) im erforderlichen Konzentrationsbereich in einem einzigen Analyselauf messen. Damit entfällt die Notwendigkeit, die Proben für unterschiedliche analytische Methoden, die Sie zuvor für die Messung von Mengenelementen, Hydridbildnern oder Quecksilber verwendet hätten, vorzubereiten. Manche Labore verwenden beispielsweise die Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) oder die ICP-OES zur Messung von Elementen in hohen Konzentrationen und die GFAAS oder die ICP-MS für Spurenelemente. Eine weitere separate Methode wie die Atomfluoreszenz wird gegebenenfalls für einzelne Elemente wie Quecksilber verwendet, von denen angenommen wird, dass sie nicht mit der ICP-MS analysiert werden können. Wenn Sie mit einer Probenanalyse gemäß einer Methode die Daten für alle Elemente auf einmal erhalten, ist das eine große Zeitersparnis. Es reduziert außerdem Fehler sowie Kontaminationen und vereinfacht Labordienstleistungen, die Versorgung, die Bevorratung mit Verbrauchsmaterialien und sogar die Schulung von Mitarbeitern.

Notwendigkeit für matrixangepasste Standards vermeiden

Wenn Proben mit hohem Matrixanteil mittels ICP-MS analysiert werden, kann Signalunterdrückung auftreten, wenn die Energie des Plasmas zu gering ist. Das Plasma muss energiereich genug sein, um sowohl die Matrix vollständig abzubauen als auch um die Analytelemente zu ionisieren. Plasmaunterdrückung führt zu einem niedrigeren Signal (und daher zu einer geringeren gemessenen Konzentration) für Analytelemente in Proben mit hohem Matrixanteil.

Ein Ansatz zur Matrixsuppression ist zu versuchen, die Matrix der Kalibrierungsstandards an die der Proben anzupassen. Bei diesem Ansatz gibt es verschiedene Probleme wie beispielsweise die Tatsache, dass Analytiker die Probenmatrix im Voraus kennen müssen. Dies ist aber in Laboren, die gemischte Probenchargen sowohl mit Lebensmittel- als auch mit Umweltproben analysieren, nicht immer praktikabel. Die Anpassung der Standards an eine Matrix, die derjenigen Ihrer Proben ähnelt, ist eine mühsame und zeitaufwändige Aufgabe und erfordert möglicherweise sogar ein Screening der Proben vor deren Analyse. Sie können die Notwendigkeit zur Anpassung an die Matrix vermeiden, indem Sie ein robusteres Plasma verwenden. Ein robustes Plasma ist ein Plasma, das mit einer hohen Energie arbeitet. Die hohe Energie ermöglicht, dass das Plasma die Matrix abbaut und dass dann noch genügend Energie vorhanden ist, um auch bei variierendem Matrixniveau ein konsistentes Niveau an Analytionen zu erzeugen.

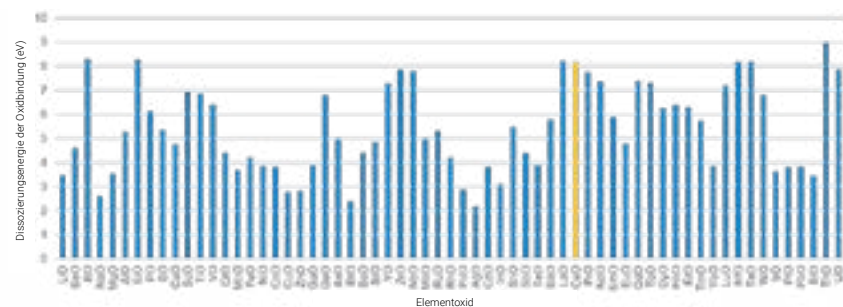
Die Robustheit des Plasmas ist außerdem entscheidend für eine langfristige Stabilität und Toleranz gegenüber der Matrix. Verfügt das Plasma nicht über genügend Energie zum Abbau der Matrix, lagert sich ein Teil der Matrix



Diese vergrößerten Fotos der Öffnung eines ICP-MS-Probenkonus verdeutlichen den Effekt, den die Durchführung von Analysen von Proben mit hohem Matrixanteil hat. Das Foto rechts zeigt den Konus nach der Probenanalyse mit Ablagerungen der Matrix, die mikroskopisch kleine Veränderungen an der Größe und Form der Öffnung verursachen.

am Interfacekonus des Geräts ab. Die Ablagerungen verändern die Form der Öffnung am Konus und führen zu einer geringeren Empfindlichkeit und zu einer stärkeren Signaldrift. Dieser Effekt ist bei Proben, die ein hohes Maß an hoch hitzebeständigen Mineralstoffen (hoher Schmelzpunkt) wie beispielsweise die Oxide von Al, Mg, Si und Ca enthalten, noch ausgeprägter.

Wenn Sie häufig Proben mit hohem Matrixanteil oder Proben mit unterschiedlichen Matrices messen, ist die Verwendung eines Geräts mit robustem Plasma entscheidend. Die Robustheit des ICP-MS-Plasmas wird in der Regel mit Hilfe des CeO^+ -Anteils, der aus der Intensität von CeO^+ im Verhältnis zu Ce^+ bestimmt wird, überwacht. Ein niedriger CeO^+ -Anteil ($< 1,5\%$) zeigt an, dass das Plasma genügend Energie hat, um das fest gebundene Molekülion des CeO zu dissoziieren. Ein Plasma mit einem niedrigen CeO -Anteil erzielt einen besseren Abbau der Matrix und anderer Moleküle, sodass die Interferenzen geringer sind und Proben mit hohem Matrixanteil länger mit weniger Drift analysiert werden können. In diesem Fall entfallen auch die Neukalibrierung und Wiederholungsmessungen der Proben, weil aufgrund der Drift die Qualitätskontrollen fehlschlagen.



Ist ein Plasma robust genug, um die starke Ce-O-Bindung (gelb dargestellt) aufzubrechen, dann ist die Plasmaenergie auch hoch genug, um möglicherweise störende Oxidionen zu dissoziieren. Deshalb wird das CeO^+/Ce^+ -Verhältnis als Maß für die Robustheit des Plasmas verwendet.

Probleme mit der chemischen Stabilität vermeiden

Chemische Unbeständigkeit kann analytische Probleme wie langsame Stabilisierung, Verschleppung der Probe, instabile interne Standards, nicht-lineare Kalibrierungen sowie andere Probleme verursachen. In der Vergangenheit waren Analytiker bei der ICP-MS häufig mit Problemen mit der chemischen Stabilität konfrontiert. Der Grund hierfür ist, dass die ICP-MS für die kombinierte Analyse von mehreren, häufig inkompatiblen Elementen verwendet wird und Analytiker versuchen, spektrale Störungen zu vermeiden.

Die im Vergleich zu herkömmlichen Methoden wie der GFAAS größere Anzahl an Analyten, die mittels ICP-MS gemessen werden, bedeutet, dass chemisch inkompatible Elemente häufiger zusammen gemessen werden. Frühe Nutzer der ICP-MS entschieden sich für die alleinige Verwendung von Salpetersäure für den Aufschluss und die Stabilisierung der Probe. Salpetersäure (HNO_3) trägt nicht zu weiteren spektralen Störungen in der ICP-MS bei, da H, N und O bereits durch das Wasser in der Probe und die das Plasma umgebende Luft vorhanden sind. Andere Säuren wie Salzsäure (HCl) oder Schwefelsäure (H_2SO_4) wurden vermieden, da hohe Konzentrationen an Cl und S zahlreiche weitere Überlappungen mit Molekülonen im ICP-MS-Spektrum verursachen.

Das Vermeiden von Salzsäure führt jedoch zu einem anderen Problem, weil nämlich viele Elemente in Salpetersäure allein nicht löslich oder nicht stabil sind. ICP-MS-Geräte von Agilent ermöglichen jetzt die routinemäßige Zugabe von HCl zur Förderung der Stabilität von Probe bzw. Analyten, da Interferenzen durch Molekülonen auf der Basis von Cl durch die Verwendung der Standard-Kollisions-/Reaktionszelle im Heliummodus wirksam in den Griff zu bekommen sind. Tatsächlich ermöglicht der Heliummodus des Agilent 7850 eine wirksame und zuverlässige Kontrolle aller matrixbasierten Interferenzen, die üblicherweise in ICP-MS-Applikationen auftreten. Bitte beachten Sie, dass die Verwendung des Heliummodus bei der Analyse von Trinkwasser nach Methode 200.8 von der US EPA derzeit nicht zugelassen ist. Bei der Analyse anderer Wasserarten wie Grund- und Abwasser ist sie erlaubt. Trinkwasser hat eine relativ einfache Matrix, sodass die Analyse von Trinkwasser weniger durch Interferenzen durch Molekülonen, die durch den Heliummodus ausgeschaltet werden, beeinträchtigt wird.

Die routinemäßige Zugabe von HCl zu den Proben für ICP-MS-Analysen ist eine schnelle und einfache Maßnahme, um die meisten Probleme mit der chemischen Stabilität zu vermeiden und korrekte Ergebnisse zu erhalten. Die Zugabe von HCl löst sogar die Probleme mit der Spülung und auch Probleme im Zusammenhang mit der Analyse von Quecksilber. Sie müssen für die Analyse von Quecksilber keine separate Probe vorbereiten oder eine andere Methode verwenden, was den Arbeitsablauf insgesamt stark vereinfacht.

Kontaminationsprobleme verhindern

Eine schlechte Laborpraxis kann zu Kontaminationsproblemen bei jeder analytischen Methode führen, aber bei Analysen im Spurenbereich mittels ICP-MS werden Kontaminationen deutlicher sichtbar. Haben Sie vor der ICP-MS bereits andere Methoden der Elementspektroskopie verwendet, müssen Sie sich dessen bewusst sein, dass es zwischen ICP-MS und AAS oder ICP-OES einen erheblichen Unterschied bei der Empfindlichkeit der Messungen gibt. Ähnliche Überlegungen müssen bei der Migration von Methoden von einer Einzelelementmethode wie der Flammen-AAS oder Graphitrohr(GF)-AAS zu einer Multielementmethode wie der ICP-MS angestellt werden. Während Einzelelement-Kalibrierstandards nur für die Konzentration des Zielelements zertifiziert sein müssen, müssen die Standards für Multielementanalysen (ICP-MS) auch dahingehend zertifiziert werden, dass sie frei von anderen Elementen sind. Das Mischen mehrerer AAS-Standards für ICP-MS-Analysen kann zu Fehlern aufgrund der Anwesenheit anderer Elemente als Verunreinigungen in den verschiedenen Einzelelement-Kalibrierstandards führen.

Um niedrige und konsistente Nachweisgrenzen aufrechtzuerhalten, müssen Sie gegebenenfalls Ihre Abläufe beim Spülen und beim Gebrauch von Pipetten sowie im Hinblick auf die verwendeten Wassersysteme und die Säure- bzw. Reagenzqualität anpassen. Stellen Sie sich vor, Sie führen einen Aufschluss mit Säuren in einem Mikrowellengefäß durch. Reinigen Sie das Mikrowellengefäß zwischen den Proben nicht gründlich genug, entstehen Verschleppungen, die Ihre nächste Probe kontaminieren und falsche Ergebnisse verursachen.



Viele automatische Probengeber, wie der hier gezeigte Agilent SPS 4, können mit einer Abdeckung ausgerüstet werden, die die Exposition Ihrer Proben gegenüber Kontaminationsquellen im Labor reduziert.

Sie können Kontaminationen durch unzureichende Reinigung erkennen, indem Sie eine Blindprobe der Probenvorbereitung in jede Probencharge aufnehmen. Eine Blindprobe der Probenvorbereitung ist eine Lösung ohne Analyten, für die das gleiche Probenvorbereitungsverfahren durchgeführt wurde wie für Ihre Proben. Durch die Einstellung eines QC-Schwellenwerts für die Blindprobe der Probenvorbereitung werden alle bei der Analyse auftretenden Kontaminationen markiert.

Kontaminationsstufen sollten in Relation zu den erforderlichen Berichtsgrenzwerten und nicht in Relation zur Fähigkeit der analytischen Methode betrachtet werden. Die ICP-MS kann die meisten Elemente im ppt-Bereich (ng/l) nachweisen. Kontaminationen im ppt-Bereich sind aber nicht relevant oder wichtig, wenn Sie Analyten im ppb-Bereich oder darüber messen, wie dies für die meisten üblichen Applikationen der Fall ist.

Kontaminationen können auch das Probenaufgabesystem des ICP-MS beeinträchtigen und eine Verschleppung verursachen, die ein Signal von der zuvor analysierten Probe erzeugt. Eine ungewohnt hohe Konzentration eines Analyten in einer oder mehreren Proben in einer Probencharge kann zu einer Kontamination der nächsten Probe(n) führen. Dieser Verschleppungseffekt tritt vor allem bei stark adsorptiven Elementen wie Quecksilber, Bor, Molybdän, Wolfram und Thallium auf. Diese Elemente adsorbieren an den Oberflächen des Probenaufgabesystems und verursachen fehlerhafte Ergebnisse in nachfolgenden Proben. Die Verwendung einer optimierten Säuremischung, beispielsweise von 0,5 % Salzsäure neben der üblichen Salpetersäure, für Proben und Standards kann dazu beitragen, die Verschleppungen zu reduzieren. Daneben kann auch ein mehrstufiges Spülprogramm, bei dem die Sonde des automatischen Probengebers zunächst mit einer basischen Spüllösung und dann mit einer sauren Lösung gespült wird, dazu beitragen, adsorptive Elemente aus dem Probenaufgabesystem zu entfernen.

Automatisierte Spülfunktionen, die das Signal während des Spülzyklus überwachen, können die Vermeidung von Kreuzkontaminationen unterstützen. Das Agilent 7850 ICP-MS verfügt über eine intelligente Spülfunktion, die automatisch Spüllösung pumpt, bis das Signal für ausgewählte Elemente unter einen eingestellten Schwellenwert fällt. Außerdem kann die Verwendung eines Schaltventils dabei unterstützen, die Exposition des Probenaufgabesystems gegenüber der Probenmatrix zu minimieren.

Liegt Ihnen eine völlig unbekannte Probe oder eine mit einer seltsamen Farbe oder mit strengem Geruch vor, lohnt es sich, eine halbquantitative Analyse vorzunehmen. Dadurch können Sie feststellen, welche Elemente in der Probe vorkommen, und ungefähr abschätzen, in welchen Konzentrationen. Das Agilent 7850 verfügt über eine Funktion namens



Verwenden Sie Flaschenaufsatzdispenser anstelle von Pipetten, um die Kontaminationsgefahr zu verringern.

IntelliQuant, die eine halbquantitative Quick-Scan-Analyse für jede Probe in einer Charge mit unbekannten Proben durchführt. Dies verlängert die normale Analysendauer nur um 2 Sekunden. Sie können IntelliQuant dazu verwenden, festzustellen, ob die Geräteeinstellungen oder die Probenvorbereitung für nachfolgende Chargen ähnlicher Proben noch weiter optimiert werden müssen.

Die gute Laborpraxis kann ebenso die Kontaminationsgefahren in Laborumgebungen reduzieren. Vermeiden Sie die Kontamination von Proben durch Staub in der Luft, indem Sie alle Probenvorbereitungsschritte und die Probenhandhabung an einer Reinraumwerkbank durchführen. Dies ist im Allgemeinen ein Arbeitsplatz unter einem Abzug mit HEPA-Filtersystem. Versuchen Sie, die Anzahl der Schritte bei der Probenvorbereitung wie etwa Verdünnungen, die Sie durchführen, zu verringern, da jeder Schritt eine weitere mögliche Kontaminationsquelle darstellt.

Die Reduzierung von Aktivitäten, die Staub bzw. Partikel erzeugen, ist ebenfalls wichtig. Verwenden Sie beispielsweise puderfreie Nitrilhandschuhe und entfernen Sie stauberzeugende Geräte (wie Drucker und Wasserkühler) aus dem Labor.

Hier sind ein paar wichtige Tipps, um das Kontaminationsrisiko zu reduzieren:

- Reagenzien und Laborausrüstung, die mit Probenlösungen in Berührung kommen, können Kontaminationen verursachen. Probenflaschen und Pipettenspitzen müssen metallfrei sein (vermeiden Sie beispielsweise farbige Pipettenspitzen und Verschlusskappen).
- Verwenden Sie NIEMALS Laborgeräte aus Glas für die Analytik von Spurenelementen in wässrigen oder sauren Proben. Glas enthält hohe Anteile an vielen Elementen, die in Ihre Lösungen extrahiert werden und diese kontaminieren.
- Die Qualität des verwendeten Reinstwassers (ultrapure water, UPW) und der verwendeten Säuren für die Stabilisierung oder die Verdünnung der Probe ist entscheidend. Ein Labor-Wasserreinigungssystem, das eine Endqualität von $> 18 \text{ M}\Omega\text{cm}$ liefert, sowie ultrareine Säuren und andere Reagenzien werden empfohlen.
- Verwenden Sie Flaschenaufsatzdispenser anstelle von Pipetten, wenn Sie zu einer großen Anzahl an Proben die gleiche Säure zugeben.
- Stellen Sie sicher, dass Sie ICP-MS-Standards verwenden und nicht AAS-Standards. ICP-MS-Standards sind für geringere Konzentrationen an Verunreinigungen zertifiziert, sodass Sie keine anderen Elemente in Ihre Standardlösungen eintragen.
- Pipettieren Sie nicht direkt aus dem Standard- oder dem Säuregefäß heraus. Gießen Sie die Flüssigkeit in einen sauberen Kunststoffbecher. Gießen Sie ungebrauchte Lösung nicht in die ursprüngliche Flasche zurück.
- Lagern Sie Ihre Standardlösungen richtig und werfen Sie Lösungen, deren Haltbarkeit abgelaufen ist.

Transferschritte reduzieren

Ein weiterer Ansatz zur Vereinfachung und Beschleunigung der Probenvorbereitung ist die Reduzierung der Transferschritte zwischen Aufschluss, Verdünnung, Filtration und Analyse.

Einige Labore führen den Aufschluss der Probe im gleichen Teströhrchen durch, das sie dann im automatischen Probengeber verwenden. Sie verwenden ein Mikrowellen-Aufschlussgerät oder ein Probenaufschluss-System mit Heizblock und überführen das Röhrchen, in dem der Aufschluss der Probe durchgeführt wurde, direkt in die Racks zur Analyse in den automatischen Probengeber. Dies macht den Probentransferschritt überflüssig, reduziert die mögliche Kontamination durch ein weiteres Gefäß und verringert die Wahrscheinlichkeit, dass Proben verwechselt werden.



Das Agilent FilterMate Filtrationssystem erlaubt es, den Aufschluss, die Filtration und die Analyse einer Probe in einem einzigen Röhrchen durchzuführen. Die Röhrchen sind mit Heizblock-Aufschlussystemen kompatibel, nicht aber für die Verwendung in Mikrowellenaufschlussystemen geeignet.

Probenscreening vor der Analyse

Die Zeitfalle

Vertragslabore oder andere Labore, die Proben unbekannter Zusammensetzung erhalten, sollten ein Screening der Proben vor der Analyse oder bei erstmaliger Einrichtung einer Methode für neue Probentypen durchführen. Ein Probenscreening, entweder mit einer anderen Methode wie der ICP-OES oder durch die Analyse von stark verdünnten Proben mit dem ICP-MS, war früher in neuen ICP-MS-Laboratorien üblich. In jedem Fall bedeutet dies, dass Proben zwei Mal gemessen werden müssen: entweder durch ein Screening von repräsentativen Proben aus der Charge oder im schlimmsten Fall durch die zweimalige Analyse jeder Probe. Dies ist eine sehr zeitintensive Aufgabe.

Verbesserungen bei der Toleranz von ICP-MS-Systemen gegenüber der Matrix, beim dynamischen Bereich der Detektoren und bei der Möglichkeit, die meisten üblichen Interferenzen durch die Matrix zu eliminieren, haben ein routinemäßiges Screening in Laboren mit modernen ICP-MS-Geräten überflüssig gemacht. Dennoch vertrauen die Nutzer einiger ICP-MS-Systeme immer noch auf das Screening neuer Probentypen, um Ihre Methodeneinstellungen zu optimieren. Die Methode 200.8 der US EPA, die älter ist als viele neue Entwicklungen in der ICP-MS wie die Kollisions-/Reaktionszelle, empfiehlt die Durchführung einer halbquantitativen Analyse zum Screening neuer oder ungewöhnlicher Proben auf Elemente in hohen Konzentrationen. Ein Screening kann als Anhaltspunkt für die Verdünnung von Proben dienen und auch zur Lokalisierung möglicher Probleme bei der Probenvorbereitung oder möglicher Quellen für Interferenzen verwendet werden, die durch eine Änderung der analytischen Methode gelöst werden könnten. Wenn ein Screening als erforderlich angesehen wird, wie können Labore dann sicherstellen, dass es die hilfreichsten Informationen liefert und die geringstmöglichen Auswirkungen auf die Laborproduktivität hat?



Die Lösungen

Feststellen, ob ein Screening für Ihr Gerät oder Ihre Proben typen erforderlich oder hilfreich ist

Die Notwendigkeit für ein Screening kann praktisch überflüssig werden, wenn das ICP-MS die erforderlichen Proben typen unter Standardbetriebsbedingungen bearbeiten kann. Typischerweise bedeutet dies, dass folgende Bedingungen erfüllt sein müssen: Das Plasma muss robust genug sein, um sich für den hohen Matrixanteil zu eignen. Der dynamische Bereich muss groß genug sein, um Mengenelemente analysieren zu können. Und die Methode muss zuverlässig genug sein, um Interferenzen durch die Matrix zu vermeiden. Das Agilent 7850 beispielsweise verwendet ein High Matrix Introduction-System mit einer variablen Verdünnung mit einem Aerosol, um die Toleranz gegenüber der Matrix auf bis zu 25 % Salzfracht zu steigern. Der Heliummodus im Zusammenhang mit der Kollisions-/Reaktionszelle vermeidet die meisten Interferenzen, ohne dass spezielle Einstellungen für die Probe oder das Element erforderlich sind (siehe [„Verwendung des Heliummodus zur Vermeidung von Interferenzen durch Molekülonen“](#)). Schließlich erlaubt es der große dynamische Bereich des Geräts, dass sowohl Mengen- als auch Spurenelemente in einer einzigen Messung analysiert werden, sodass die Herstellung zweier unterschiedlicher Verdünnungen jeder Probe nicht erforderlich ist.

Methoden für schnelles Probenscreening

Selbst mit einer optimierten ICP-MS-Konfiguration und -Methode kann es zu Situationen kommen, in denen ein Labor einen wirklich unbekanntem oder ungewöhnlichen Proben typen erhält. In diesen Fällen kann die Möglichkeit für ein schnelles Screening Zeit sparen, indem Probleme vermieden werden, die auftreten können, wenn ungeeignete Matrices aus Versehen dem Gerät zugeführt werden. Einige ICP-MS-Geräte haben die Möglichkeit für eine halbquantitative Analyse, die ungefähre Werte für die Konzentrationen aller Elemente in der Probe liefert. Die Agilent ICP-MS-Geräte haben beispielsweise die IntelliQuant-Funktion. IntelliQuant nimmt im Heliummodus ein vollständiges Massenspektrum (QuickScan) auf, um die Konzentrationen aller Elemente in der Probe sowie den Gesamtgehalt der Salzfracht zu bestimmen. Die halbquantitativen Ergebnisse der IntelliQuant-Analyse können als Heat Map in einem Periodensystem dargestellt werden (siehe unten), sodass die jeweilige relative Konzentration jedes Elements visualisiert und die unterschiedlichen Proben der Charge verglichen werden können.

H																			He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne		
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr		
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe		
Cs	Ba	L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn		
Fr	Ra	A																	
		L	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		A	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		



Erstellen einer Probensequenz

Die Zeitfalle

Das Erstellen einer Probensequenz besteht aus:

1. Vorbereiten des Geräts und zünden des Plasmas
2. Prüfen der Geräteleistung und beheben von Problemen
3. Erstellen oder ändern von Informationen zur Probencharge
4. Justieren und kalibrieren, falls erforderlich
5. Beladen des automatischen Probengebers
6. Vorbereiten oder importieren der Probenliste und festlegen der erforderlichen Qualitätskontrolllösungen

Bei jedem dieser Schritte gibt es potenzielle Zeitfallen und Möglichkeiten zur Optimierung des Betriebs.



Die Lösungen

Verwendung der geräteeigenen regelmäßigen Leistungsüberprüfungen

Eine häufig auftretende Verzögerung bei der Vorbereitung des ICP-MS für die Analyse der ersten Probencharge des Tages läuft so ab: Sie zünden das Plasma, lassen das Gerät aufwärmen, führen die normale Systemprüfung durch und merken erst jetzt, dass die Leistung nicht den Vorgaben entspricht und ein Problem behoben werden muss, bevor Sie Proben analysieren können. Dies erfordert häufig, dass das Plasma wieder gelöscht werden muss und Sie darauf warten müssen, bis sich das System abkühlt, bevor Sie das Problem beheben können.

Wenn Sie die automatische Durchführung einer Leistungsüberprüfung nach dem Ende von Analysen über Nacht einplanen, können Sie Probleme erkennen und beheben, bevor Sie das Plasma zu Beginn einer Probencharge am nächsten Tag zünden.

Weitere Informationen zum Erkennen und Beheben von häufig auftretenden Problemen finden Sie im Abschnitt [„Gerätewartungs- und -ausfallzeiten“](#).

Handhabung neuer oder ungewöhnlicher Proben

Je nach eingesetztem Gerät müssen Sie gegebenenfalls Methodeneinstellungen anpassen, wenn Sie Proben erhalten, die gänzlich anders sind als diejenigen, die Sie in der Regel analysieren.

Wenn Sie ungewöhnliche Proben bearbeiten können, ohne umfangreiche Änderungen an den Einstellungen der Standardmethode vornehmen zu müssen, können Sie viel Zeit sparen. Hierfür sind jedoch ein paar spezielle Funktionen des ICP-MS notwendig.

- Das ICP-MS muss unter Umständen Proben mit einem großen Bereich unterschiedlicher Matrixanteile analysieren und die Robustheit des Plasmas ist eine wichtige Voraussetzung hierfür.
- Bei unbekanntem und unterschiedlichen Proben können Mengenelemente zu neuen und unerwarteten spektralen Überlappungen führen, sodass die Möglichkeit, Analysen im Heliumkollisionsmodus zur Vermeidung von Interferenzen durch Molekülonen durchzuführen, Sie dabei unterstützt, korrekte Ergebnisse sicherzustellen.
- Unbekannte Proben können höhere Konzentrationen der Zielanalyten enthalten als erwartet. Ein ICP-MS mit großem dynamischen Bereich stellt sicher, dass Sie valide Ergebnisse erhalten und keine Ergebnisse über dem zulässigen Bereich, die Wiederholungsanalysen erforderlich machen.

Vereinfachung der Eingabe von Informationen zu Probenchargen

Es gibt verschiedene Möglichkeiten, mit denen moderne ICP-MS-Geräte die Konfiguration für die Analyse von Proben vereinfachen können:

- Die Messung von Mengen- und Nebenelementen in nur einer Analyse. Möglicherweise führen Sie derzeit zwei separate Probenreihen durch – eine Reihe für die Messung der Elemente, die in hohen Konzentrationen auftreten (die „Mengenelemente“), und eine weitere zur Messung der Elemente, die in geringen Konzentrationen vorliegen (die „Neben- und Spurenelemente“). Diese werden vielleicht auch mit unterschiedlichen Methoden durchgeführt. Durch die Entwicklung von ICP-MS-Detektoren mit extrem großem dynamischen Bereich wurde diese Einschränkung überwunden, sodass Sie jetzt alle Elemente in einer einzigen Probenreihe messen können.
- Die Messung unterschiedlicher Elemente in unterschiedlichen Proben in derselben Probenreihe – beispielsweise 20 Elemente in Trinkwasserproben, 12 Elemente in Bodenproben und 8 in Abwasserproben. Bei einigen Geräten sind Sie darauf beschränkt, in jeder Probe die gleichen Elemente zu messen, die fest in einer Methode gespeichert sind. Sie müssten dann drei verschiedene Messungen konfigurieren, eine für jeden Probentyp. Einige ICP-MS-Geräte wie das Agilent 7850 verwenden die Funktion der „Unterliste“, mit der Sie spezielle Gruppen von Analyten auswählen können, die in unterschiedlichen Proben gemessen werden sollen. Mit der Verwendung der Unterlisten können Sie alle Trinkwasser-, Boden- und Abwasserproben in einem Analysenlauf mit einer einzigen umfassenden Kalibrierung analysieren, ohne dabei Zeit für das Erfassen von Daten für Elemente zu verschwenden, die nur im anderen Probentyp relevant sind.
- Die automatische Berechnung des Verdünnungsfaktors. Dies ist eine einfache, aber wirksame Maßnahme zur Zeiteinsparung bei der Erstellung einer Probenliste und beim Eintragen der Kalibrierungsstandards. Durch das Eingeben oder Importieren des Probengewichts und -volumens (das vom Labor für Probenvorbereitung erstellt und von einem LIMS heruntergeladen werden könnte) berechnet die Software des Geräts sowohl die gemessene Konzentration als auch die Konzentration für den Bericht. Wenn Sie Kalibrierungsstandards durch Serienverdünnung aus einer gemischten Stammlösung herstellen, kann die Software gegebenenfalls die ganze Standardtabelle für Sie ausfüllen, indem ein Faktor zur Berechnung aller Analytkonzentrationen verwendet wird und Sie die Konzentration jedes Elements nicht in jedem Standard einzeln eingeben müssen.
- Das Importieren von Probeninformationen aus einem Laborinformationsmanagementsystem erspart das mühsame Eintragen von Daten.
- Funktionen, die es ermöglichen, unterschiedliche Probentypen in einer Sequenz als unterschiedliche „Probenblöcke“ festzulegen, z. B. einen Block für Kalibrierungsstandards, einen weiteren für unbekannte Proben, einen für Qualitätskontroll- und Blindprobenlösungen usw. Die Analyse dieser Blöcke kann in einer bestimmten Reihenfolge und/oder unter einer bestimmten Probennummer oder von einem Zeitpunkt ausgelöst durchgeführt werden. Die Blöcke können im Voraus definiert, in einer Vorlage gespeichert und für jede Analyse verwendet werden, sodass der Analytiker nur noch die Probenliste der unbekanntem Proben aktualisieren muss.

Überwachung der Probenanalyse

Die Zeitfalle

Die ICP-MS kann erhebliche Datenmengen generieren. Probenchargen bestehen häufig aus 200 bis 300 unbekanntenen Proben, plus etwa 10 Kalibriersubstanzen sowie bis zu 50 Qualitätskontrolllösungen, die im Rahmen der Charge analysiert werden. Und jede Probe kann Ergebnisse für 30 oder mehr Analyten haben, plus interne Standards, die jeweils drei Mal analysiert werden. Bei unterschiedlichen Probentypen und Mengenelementen, die jeweils unterschiedliche Fehler in jeder Probe verursachen können, kann die Überwachung der Analyse zur Sicherung der Datenqualität zum Problem werden. Die Datentabelle kann eine Überforderung darstellen und das Überprüfen der Ergebnisse, die auf dem Bildschirm erscheinen, zu einer schwierigen Aufgabe machen, insbesondere für unerfahrene Nutzer. Das Überprüfen dieser großen Datenmenge kann dazu führen, dass ein Problem übersehen wird, was wiederum eine Wiederholungsanalyse der Probe zur Prüfung des Problems erforderlich macht, das schon während der Analyse bemerkt und gelöst hätte werden können.



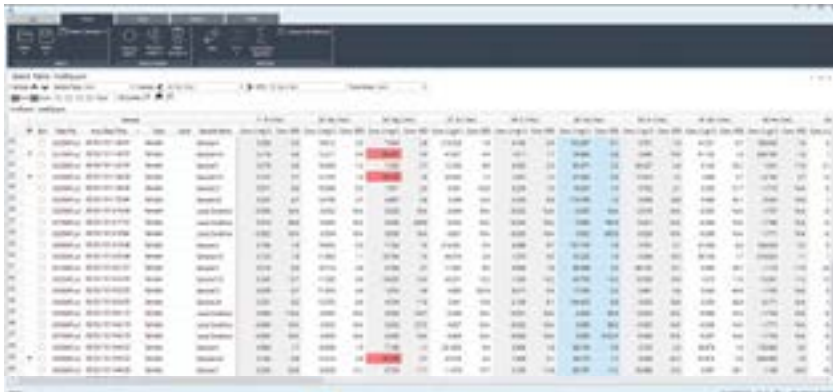
Die Lösungen

Auftreten von Probenfehlern verhindern

Sowohl das Gerät als auch die Methode spielen eine große Rolle bei der Vereinfachung der Ergebnisüberwachung. Siehe „[Erstellung von Methoden, die Probenfehler minimieren](#)“.

Außerhalb eines definierten Bereichs liegende Ergebnisse markieren

Die Erfahrung und das Fachwissen von Analytikern sind bei der Interpretation von ICP-MS-Ergebnissen hilfreich. Es gibt aber bei der neuesten Generation von ICP-MS-Systemen viele integrierte Funktionen, die diese Aufgabe für weniger erfahrene Analytiker vereinfachen und beschleunigen können. Beispielsweise können optimierte ICP-MS-Systemkonfigurationen und -Methoden viele Quellen von Fehlern eliminieren, die die Nutzer zuvor vielleicht nicht so einfach hätten erkennen und korrigieren können. Tools zur Datenanalyse können unerfahrenen Nutzern auch bei der Überprüfung helfen. Häufig ist es möglich, die Ergebnisse zu filtern und solche Ergebnisse zu markieren, die bestimmte Kriterien nicht erfüllen, wie beispielsweise die relative Standardabweichung oder Tests zur Qualitätskontrolle. Damit können problematische Ergebnisse (wie in der folgenden Abbildung gezeigt) einfach ausgewählt werden.



The screenshot shows a data table with multiple columns. Several rows are highlighted in red, indicating results that do not meet the defined criteria. The table includes columns for sample ID, concentration, and various analytical parameters.



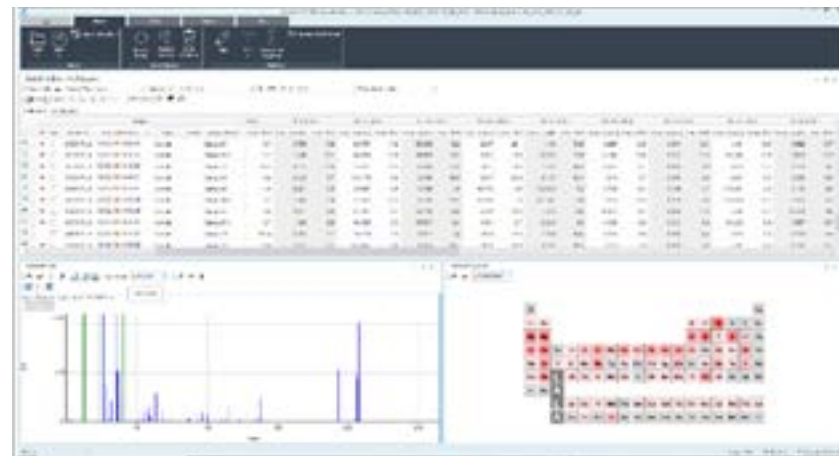
This screenshot shows the same data table as above, but with a filter applied. Only the rows that were previously highlighted in red are now visible, making it easier to focus on the problematic results.

Die Funktion der Ausreißer-bedingten Formatierung der Agilent MassHunter-Software markiert alle Ergebnisse, die festgelegte Kriterien nicht erfüllen. Die rote Markierung weist auf problematische Ergebnisse hin und Sie können nur diese Ergebnisse anzeigen lassen, um die Fehlersuche zu erleichtern.

Erkennung von Fehlern bei der Probenvorbereitung, von unerwarteten oder ungewöhnlichen Analyt- oder Matrixkonzentrationen oder von Kontaminationen

Neben der Markierung potenzieller Fehler in der Datentabelle kann die ICP-MS-Software auch Hilfsfunktionen enthalten, mit denen der Nutzer die Ursache der problematischen Ergebnisse identifizieren kann. Hat Ihre ICP-MS-Methode die Möglichkeit, während der Analyse ein vollständiges Massenspektrum für jede Probe aufzunehmen, kann dies für die Fehlersuche verwendet werden. Beispielsweise kann ein viel beschäftigter Labortechniker bei der Probenvorbereitung leicht ein Probenfläschchen bei der Zugabe von Säuren vergessen. Fehlt Cl im Scan des gesamten Massenbereichs oder ist Cl nur in geringer Konzentration vorhanden, ist dies ein guter Hinweis dafür, dass HCl nicht zu dieser Probe zugegeben wurde.

Allgemein gilt, dass bei der Analyse vieler unbekannter und unterschiedlicher Proben unerwartete Matrixkomponenten oder Analyten in hohen Konzentrationen in einzelnen Proben auftreten können. Diese unerwarteten Elemente können im vollständigen Massenspektrum schnell und einfach identifiziert werden. In der folgenden Abbildung werden die quantitativen Ergebnisse für jede Probe in der Tabelle im oberen Teil des Bildschirms gezeigt. Das mit der Funktion Quick Scan gemessene Massenspektrum für die ausgewählte Probenzeile wird unten links angezeigt. Rechts zeigt das Periodensystem der IntelliQuant-Funktion den Konzentrationsbereich aller Elemente an, die im Quick-Scan-Spektrum gefunden wurden. Diese halbquantitativen Ergebnisse können bis zu 78 Elemente umfassen, nicht nur die Analyten, die in der quantitativen Analyse enthalten sind. Mit dieser visuellen Darstellung können Sie die Proben schnell vergleichen und eventuell nicht erwartete oder ungewöhnliche Elemente, die aufgrund einer Kontamination oder einer anormalen oder einer falsch angegebenen Probenmatrix vorhanden sind, erkennen.



Überprüfen von Ergebnissen und Berichterstellung

Die Zeitfalle

So wie die Überprüfung der Daten direkt während der Analyse ist auch das Überprüfen der Ergebnisse nach der Analyse Probenzeile für Probenzeile eine mühsame und fehleranfällige Aufgabe. Sie können sich schnell von der großen Anzahl an angezeigten Ergebnissen für eine typische Multielement-ICP-MS-Probencharge überfordert fühlen. Ausreißer und falschpositive oder falschnegative Ergebnisse können übersehen und fehlerhafte Ergebnisse in den Bericht aufgenommen werden. Die Überprüfung der Daten ist nicht nur eine Zeitfalle, sondern wenn fehlerhafte Analysen wiederholt werden müssen, bedeutet noch mehr verschwendete Zeit. Noch schwerwiegender ist die mögliche Schädigung der Reputation, wenn fehlerhafte Ergebnisse im Bericht erscheinen, zu denen Rückfragen des Kunden kommen oder die dieser verwendet, um wichtige Entscheidungen zu treffen. Wenn aber keine Zielwerte oder erwarteten Bereiche für Analyten in einer unbekannt Probe vorliegen, wie bestätigen Sie, für sich selbst und für den Kunden, dass die Ergebnisse im Bericht korrekt sind? Labore schließen daraus häufig, dass sie aus Sicherheitsgründen Proben mit unerwarteten Ergebnissen erneut analysieren oder mit einer zweiten Methode analysieren müssen, um die Daten zu bestätigen. All diese Maßnahmen erfordern weitere Zeit und zusätzlichen Aufwand und verschlechtern die Produktivität.



Die Lösungen

Erstellung von Methoden, die Probenfehler minimieren

Die Methodenentwicklung spielt bei der Reduzierung der für die Überprüfung der Ergebnisse erforderlichen Zeit eine große Rolle. Datenfehler können minimiert werden, wenn die ICP-MS-Methode so robust erstellt ist, dass sie mit der Probenmatrix zurechtkommt, und einen dynamischen Bereich aufweist, mit dem alle Analyten gemessen werden können. Auf ähnliche Weise können spektrale Überlappungen mit geeigneten Zellbedingungen kontrolliert werden.

Durch die Verwendung von Einstellungen, die häufige Ursachen für unzuverlässige Daten in den Griff bekommen, können ICP-MS-Analytiker die Durchsicht der Daten und die Berichterstellung viel schneller, einfacher und weniger fehleranfällig durchführen. Die Kollisionszelle für den Heliummodus des Agilent 7850 ICP-MS beispielsweise minimiert den Beitrag von Molekülonen, vermeidet Überlappungen von unerwarteten Matrixelementen und verhindert Interferenzen mit internen Standards. Dies bedeutet auch, dass Sie nun keine Korrekturgleichungen mehr benutzen müssen, um die häufig auftretenden Überlappungen mit Molekülonen in den Griff zu bekommen. Korrekturgleichungen können häufig eine Quelle zusätzlicher Fehler sein, da eine verwendete Gleichung unter Umständen nicht alle auftretenden Interferenzen berücksichtigt.

Die Verwendung einer Funktion, die die Interferenzen durch doppelt geladene Ionen korrigiert ist auch nützlich, insbesondere, wenn Sie häufig Proben erhalten, die Barium oder Seltenerdelemente enthalten. Dies kann Teil Ihrer Methode sein, sodass Interferenzen von doppelt geladenen Ionen in den berichteten Ergebnissen automatisch korrigiert werden.

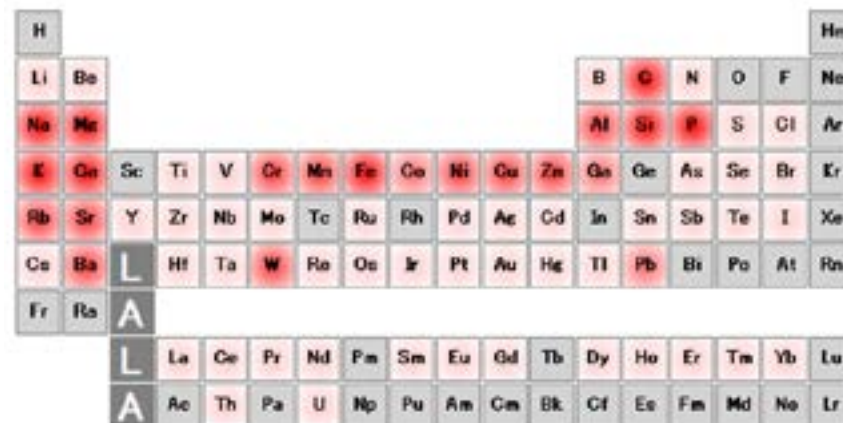
Die Verwendung eines zweiten, sogenannten Qualifizierisotops für Ihre Analyse unterstützt Sie mit einer routinemäßigen Bestätigung der Daten und macht Ihre Ergebnisse zuverlässiger. Die Daten des zweiten Isotops sind auch eine gute Absicherung für den Fall, dass Rückfragen zum Ergebnis kommen. Sie können die Ergebnisse von beiden Isotopen vergleichen: Ist das Ergebnis gleich, liegt damit eine Bestätigung vor, dass das Ergebnis korrekt ist.

Die Verwendung eines Tools für schnelle halbquantitative Analysen wie die IntelliQuant-Funktion des Agilent 7850 ist bei der Untersuchung von Ausreißerergebnissen nützlich oder im Falle von Rückfragen von Kunden zu den Ergebnissen. Die IntelliQuant-Funktion kann die vollständige Elementarzusammensetzung einer Probe überprüfen und die ungefähre Konzentration jedes Elements abschätzen. Unerwartete Ergebnisse für eine Probe können mit den Ergebnissen der IntelliQuant-Funktion verglichen werden. Der Scan des vollständigen Massenbereichs der IntelliQuant-Funktion kann auch dazu verwendet werden, das Vorliegen eines Elements durch sein Isotopenhäufigkeitsmuster zu bestätigen. Diese Funktion wird am Beispiel einer Probe dunkler Schokolade illustriert (wie auf dieser Seite gezeigt), bei der das Vorliegen des unerwarteten Elements Wolfram (W) im ppm-Bereich durch das Isotopenhäufigkeitsmuster der IntelliQuant-Funktion bestätigt wurde.

Verwendung von Softwaretools zur Datenanalyse

Viele Labore mit hohem Probendurchsatz exportieren ihre Daten in spezielle Qualitätskontrollprogramme, um ihre Datenanalyse zu automatisieren. ICP-MS-Geräte verfügen häufig über Softwarefunktionen, mit denen Sie Grenzwerte festlegen können, außerhalb derer die Ergebnisse markiert oder die Proben erneut analysiert werden. Das Agilent 7850 verfügt über die Funktion der Ausreißer-bedingten Formatierung, die die Ergebnisse der Proben filtert, sodass nur jene angezeigt werden, die die festgelegten Kriterien nicht erfüllen. Mit dieser Funktion ist es einfach, jene Ergebnisse zu identifizieren, für die eine Überprüfung erforderlich ist. Die Funktion kann auch so eingestellt werden, dass sie auf das Nicht-Bestehen von Qualitätskontrollproben, internen Standards oder anderen Lösungstypen reagiert.

Viele Labore verwenden ein integriertes Datensystem zur Informationsübertragung zwischen den Systemen im Labor, beispielsweise bei der Übertragung von Probengewichten und -volumina aus dem Probenvorbereitungslabor zum ICP-MS und zur Übertragung der Ergebnisberichte und der Qualitätskontrollmarkierungen vom ICP-MS zum Laborinformationsmanagementsystem (LIMS). In Bezug auf die Berichterstellung ist es nützlich, Daten einfach in ein LIMS oder in ein drittes, separates System zur Berichterstellung exportieren zu können, um den Aufwand bei der Berichterstellung zu reduzieren.



Die Heat Map der IntelliQuant-Funktion des Agilent ICP-MS zeigt die relativen Konzentrationen aller Elemente in unterschiedlichen Farbtintensitäten an. Diese Probe dunkler Schokolade weist eine relativ hohe Konzentration an Ca, Cr, Ni, W und Pb auf. Diese Daten können für Elemente, die nicht in den Kalibrierungsstandards enthalten sind, angegeben werden.

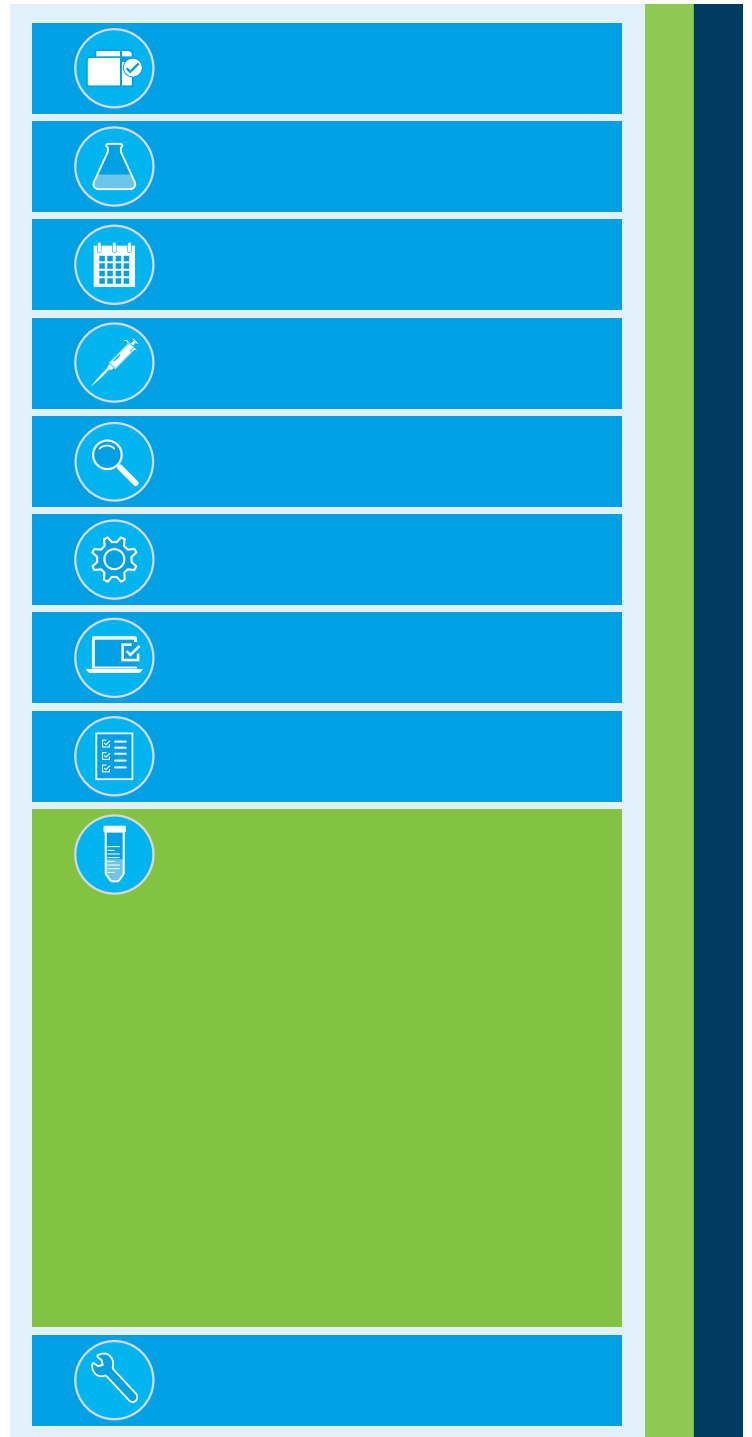
Wiederholungsmessungen von Proben

Die Zeitfalle

Die meisten Labore achten genau auf den Probendurchsatz und die Produktivität, bedenken aber die Kosten nicht, die anfallen, wenn Proben mehr als einmal analysiert werden müssen.

Ein QC-Fehler bei einer regulierten oder im Labor erstellten Methode kann dazu führen, dass die Kalibrierung, verschiedene Qualitätskontrolllösungen, eine Blindprobe und schließlich die letzten 10 oder mehr Proben noch einmal gemessen werden müssen. Für schwierige Proben bedeutet die Wiederholungsanalyse wahrscheinlich auch, dass der Aufschluss der Probe ebenso wie die ICP-MS-Analyse wiederholt werden müssen. Diese Schritte bedeuten einen erheblichen Zeitverlust und die Wiederholungsanalysen sind eine große, wenn auch häufig unterschätzte Last für ICP-MS-Labore.

Für viele Ursachen für Wiederholungsanalysen von Proben gibt es jedoch relativ einfache Maßnahmen, die potenzielle Zeitfallen vermeiden und den Routine-ICP-MS-Betrieb optimieren.



Die Lösungen

Es gibt viele Gründe, warum Proben erneut gemessen werden müssen. Hier finden Sie die häufigsten und wie Sie diese vermeiden oder ihre Auswirkungen minimieren können.

Vermeidung von Problemen, die mit einem hohen Matrixanteil in der Probe zusammenhängen

Das Analysieren vieler Proben mit hohem Gehalt an Feststoffen kann zu einer Signaldrift führen, die von Ablagerungen am Interfacekonus verursacht wird. Diese Ablagerungen können eine schlechte Empfindlichkeit, eine schlechte Präzision und QC-Fehler verursachen. Siehe [„Tipps für die Messung von Proben mit hohem Matrixanteil“](#).

Das manuelle Verdünnen von Proben mit hohem Matrixanteil ist zeitaufwändig und Verdünnungssysteme sind teuer und komplex. Außerdem können Verdünnungen zu Kontaminationen und Fehlern führen. Das Agilent 7850 enthält ein Ultra High Matrix Introduction (UHMI) System, das gasförmiges Argon zur Verdünnung des Proben-Aerosols verwendet und damit die Zeit und die Kosten für ein herkömmliches Flüssigkeitsverdünnungssystem eliminiert. Die Verwendung des UHMI-Systems mit Aerosolverdünnung bedeutet, dass Sie dem ICP-MS direkt gemischte Proben mit hohem Matrixanteil und bis zu 25 % Gesamtsalzfracht zuführen können. Das UHMI-System reduziert Matrixeffekte und die Signaldrift. Damit entstehen weniger QC-Fehler, es besteht eine geringere Wahrscheinlichkeit, dass interne Standards aus dem Messbereich driften, Rekalibrierungen und Wiederholungsanalysen sind seltener erforderlich und es treten weniger probenbezogene Probleme (z. B. Suppression) auf.

Verschleppung zwischen Proben verhindern

Eine Probe mit unerwartet hohem Matrixgehalt in einer Probencharge kann zur Kontamination der nächsten Probe durch Verschleppung stark adsorptiver Elemente wie Hg, B, Mo oder W führen. Diese Kontamination kann ein fehlerhaft hohes Ergebnis verursachen. Die Stabilisierung der Probenlösungen durch die Zugabe von HCl bei der Probenvorbereitung verbessert die Löslichkeit und Stabilität vieler Elemente und hilft damit, Fehler durch Verschleppung zu reduzieren.

Automatisierte Spülfunktionen, die das Signal während des Spülzyklus überwachen, können die Vermeidung von Kreuzkontaminationen ebenfalls unterstützen. Das Agilent 7850 ICP-MS verfügt über eine intelligente Spülfunktion, die automatisch Spüllösung pumpt, bis das Signal unter den eingestellten Schwellenwert fällt.

Probleme mit der Geräteleistung erkennen, bevor sie die Ergebnisse beeinträchtigen

Die tägliche Durchführung automatisierter Überprüfungen der Geräteleistung vor dem Start von Analysen kann Fehler beim Gerät oder dessen Versorgung (z. B. Argondruck, Kühlwasserfluss, Funktion der Abgasentlüftung) identifizieren. Diese Überprüfungen, die im Rahmen des Systemstarts durchgeführt werden, weisen auf ein Problem hin, bevor es die Analyseleistung beeinträchtigt.

Mit einer zusätzlichen Leistungsüberprüfung nach den Analysensequenzen eines Tages erhalten Sie einen Vorsprung, da die Ergebnisse zur Verfügung stehen, bevor Sie das Gerät am nächsten Tag starten. Mit der Leistungsüberprüfung nach den Analysen können Sie Probleme erkennen und beheben, bevor Sie das Gerät starten, und sparen somit am nächsten Tag Zeit. Beim Agilent 7850 können Sie den Termin für eine Leistungsüberprüfung so festlegen, dass sie vor der Analyse der ersten Probencharge durchgeführt wird, was auch hilfreich ist, um die Datenqualität zu dokumentieren. Eine Leistungsüberprüfung kann auch so festgelegt werden, dass sie nach dem Ende der Analysen durchgeführt wird.

Falsch eingestellte Methodenparameter vermeiden

Die Methodenparameter der Geräte können Ihre Ergebnisse stark beeinflussen. Analysieren Sie ein zertifiziertes Referenzmaterial (CRM), das als Laborkontrollprobe (LCS) in Ihre Probencharge eingefügt ist, um solche Situationen zu vermeiden. Sie sollten möglichst immer eine CRM-Probe, die eine ähnliche Matrix hat wie Ihre Proben, in das Methodenentwicklungsverfahren aufnehmen. Bei der Analyse der CRM-Proben sollten Sie gute Wiederfindungsraten im Spurenbereich erzielen können. Können Sie keine guten Wiederfindungsraten im Spurenbereich erzielen, muss die Methode weiter optimiert werden.

Die Verwendung von vordefinierten Methoden und von Werkzeugen für die Methodenoptimierung ist hilfreich, um die Methodenparameter richtig einzustellen. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt [„Erstellen neuer Methoden“](#).

Probleme, die vom Probenschlauch verursacht werden, verhindern

Verschlossene, undichte oder schlecht angebrachte Schläuche der peristaltischen Pumpe verursachen eine schlechte Präzision und können dazu führen, dass eine Wiederholungsmessung der Probe erforderlich ist.

Regelmäßige Routinewartung verhindert das Auftreten von Problemen mit den Schläuchen der peristaltischen Pumpe. Überprüfen Sie die Elastizität, die runde Form, die Verbindungen und die Spannung des Schlauchs zu Beginn jedes Arbeitstages, oder wenn Ihre Standardarbeitsanweisung dies erfordert. Denken Sie daran, den Schlauch der peristaltischen Pumpe am Ende jedes Arbeitstages auszuspannen, um seine Lebensdauer zu verlängern. Diese Überprüfungen können die Gefahr reduzieren, dass Sie Proben aufgrund von Problemen mit dem Pumpenschlauch erneut messen müssen. Sie verhindern so Zeitverschwendung durch das Warten auf die Konditionierung des neuen Pumpenschlauchs. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt „[Pflege der Pumpenschläuche](#)“.

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

Kontaminationen minimieren

Da die ICP-MS eine sehr empfindliche Methode ist, können Kontaminationen eine bedeutende Quelle für Fehler sein, die Wiederholungsmessungen von Proben erforderlich machen. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt „[Kontaminationsprobleme verhindern](#)“.

Handhabung von Interferenzen

Ungenauigkeiten bei der Bestimmung von Spurenelementen mittels ICP-MS können von verschiedenen Quellen für Interferenzen verursacht werden.⁵ Die meisten modernen Geräte haben unterschiedliche Möglichkeiten, die Interferenzen in den Griff zu bekommen. Das Agilent 7850 beispielsweise verfügt über einen Heliummodus (siehe „[Verwendung des Heliummodus zur Vermeidung von Interferenzen durch Molekülonen](#)“), der Datenfehler aufgrund von Interferenzen durch Molekülonen praktisch vermeidet, was bedeutet, dass weniger Proben durch Fehler, die von der Matrix verursacht werden, beeinträchtigt werden. Der Helium-Kollisionsmodus trägt auch zur Bestätigung der Datenvalidität bei, da er die Nutzung von Qualifizierisotopen ermöglicht. Durch die Zuverlässigkeit Ihrer Ergebnisse besteht auch weniger Druck, Proben erneut analysieren zu müssen, um fragliche Daten zu überprüfen.

Interferenzen, die von doppelt geladenen Ionen von Seltenerdelementen verursacht werden, werden von der Half-Mass-Korrektur ausgeschaltet. Siehe „[Interferenzen durch doppelt geladene Ionen korrigieren](#)“.

5. Beschreibungen der unterschiedlichen Arten von Interferenzen finden Sie in der Methode 200.8 der US EPA.



Kalibrierungsprobleme und Proben außerhalb des Messbereichs vermeiden

Nicht-lineare Kalibrierungen und Proben, die außerhalb des Kalibrierungsbereichs liegen, sind häufig Ursache für Wiederholungsanalysen.

Der dynamische Bereich des Detektors im System hat großen Einfluss auf die Häufigkeit dieses Problems. Mit einem großen dynamischen Bereich können Mengenelemente mit den Standardeinstellungen der Methode gemessen werden (keine Abschwächung erforderlich), was dazu führt, dass weniger Ergebnisse außerhalb des Mess- oder Kalibrierungsbereichs auftreten. Weitere Informationen hierzu finden Sie in den Abschnitten [„Kalibrierungsprobleme verhindern“](#) und [„Fehler durch Ergebnisse außerhalb des zulässigen Bereichs verhindern“](#).

Probenverwechslungen und Probleme mit der Probenvorbereitung reduzieren

Probenverwechslungen sollten nicht vorkommen, aber Labormitarbeiter sind auch nur Menschen und viel beschäftigte Mitarbeiter können Fehler machen. Ein einfacher Fehler, wie beispielsweise ein Probenfläschchen beim Beladen des Racks des automatischen Probengebers in die falsche Position zu stellen, kann zu Fehlern führen, die schlecht erkannt werden können und schwierig zu korrigieren sind. Oder es kann vorkommen, dass Probenracks beim Beladen des automatischen Probengebers vertauscht werden.

Durch die Verwendung eines Strichcodesystems für die Proben können solche Verwechslungen minimiert werden. Indem man ein Teströhrchen ganz am Anfang der Probenvorbereitung mit einem Strichcode versieht, und es dann während der gesamten Probenvorbereitung bis zur Analyse verwendet, können Probenverwechslungen minimiert werden. Die Verwendung von Qualitätskontrolllösungen und Probenduplikaten in der Probenserie kann auch hilfreich sein.

Die Reduzierung der Häufigkeit, mit der Proben von einem Gefäß in ein anderes transferiert werden, verringert auch die Gefahr von Verwechslungen und Kontaminationen. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt [„Transferschritte reduzieren“](#).

Handhabung von Rückfragen zu Ergebnissen

Ein Ergebnis, das in Frage gestellt wird, ist eine weitere Ursache für Zeitverschwendung durch Wiederholungsanalysen. In einigen Fällen ist es möglich, die Notwendigkeit für eine Wiederholungsanalyse zu vermeiden, indem das ursprüngliche Ergebnis mit zusätzlichen Daten, die bei der Analyse der Probe aufgenommen wurden, bestätigt wird. Die Methoden von Agilent ICP-MS-Systemen können ein Quick-Scan-Spektrum des gesamten Massenbereichs enthalten, was zur Erstellung eines vollständigen Massenspektrums und zu einer halbquantitativen Abschätzung der Konzentrationen aller Elemente in jeder Probe verwendet werden kann. Für die meisten Analyten kann ein zweites Isotop verwendet werden, um das Ergebnis zu bestätigen.

IntelliQuant-Daten können auch dazu verwendet werden, Fehler bei der Probenvorbereitung zu erkennen. Ein kleines Signal für Cl kann darauf hinweisen, dass die Zugabe von HCl bei der Probenvorbereitung vergessen wurde.

Die Daten des vollständigen Massenspektrums können auch hilfreich sein, wenn ein generelles Problem am Standort untersucht wird. Ihr Produktionsstandort bekommt beispielsweise Probleme mit Titan (Ti). Titan ist nicht in der Standardanalyse Ihrer Proben enthalten, aber Sie haben die Daten der gesamten Massenspektren aller Ihrer Proben und können diese benutzen, um herauszufinden, ab wann die Werte für Ti höher wurden. Diese Information kann dazu verwendet werden, die Ursache des Problems in der Produktion nachzuverfolgen.



Sie kennen sich mit Qualitätskontrolllösungen nicht aus?

Sie kennen den Unterschied zwischen internem Standard und Qualitätskontrollprobe nicht? Die Definitionen dieser Begriffe finden Sie auf Seite 5 der US-EPA-Methode 200.8, die [hier](#) verfügbar ist.

Gerätewartungs- und -ausfallzeiten

Die Zeitfalle

Es ist eine weit verbreitete Fehleinschätzung, dass die Nutzung von ICP-MS-Geräten schwierig und zeitaufwändig und ihre Wartung teuer ist. Die Annahme, dass die analytischen Geräte kontinuierlich ohne Wartung und ohne Überwachung tagtäglich funktionieren, ist eine ebenso häufige Fehleinschätzung. Ausfallzeiten des Geräts werden häufig als eine der größten Frustrationsquellen im Labor genannt. Und doch treffen Servicetechniker häufig vor Ort ein, um festzustellen, dass lediglich Reinigungsmaßnahmen und Routinejustierungen am Gerät vorgenommen werden müssen. Diese einfachen Aufgaben hätten auch von Labormitarbeitern durchgeführt werden können, wenn sie gewusst hätten, wie.



weitere nützliche Funktion ist, dass die Überwachung der Wartung mit Benutzerinformationen und Video-Tutorials verlinkt ist. Diese zeigen Ihnen, wie die erforderlichen Wartungsaufgaben durchgeführt werden. Eine großartige Art, Zeit zu sparen und sicherzustellen, dass die Wartung korrekt durchgeführt wird.

Nutzung interner Standards zum Erkennen von Problemen

Die meisten Analytiker geben zu ihren ICP-MS-Proben interne Standards (ISTD) hinzu. Aber viele Nutzer überwachen oder überprüfen die Signale der internen Standards nicht, es sei denn, sie erfüllen nicht die Anforderungen der Qualitätskontrolle der Methode. Beginnen die Signale der internen Standards zu driften, weist dies in der Regel auf ein Problem mit der Menge an undissoziierter Matrix, die die Interfacekationen erreicht, hin. Dieses Problem kann meist behoben werden, indem das ICP-MS mit Bedingungen für ein robusteres Plasma betrieben wird (Optimierung für einen geringeren CeO^+ -Anteil oder Analyse mit einem höheren UHMI-Verdünnungsfaktor). Oder die EMF-Zähler weisen vielleicht darauf hin, dass eine geplante Wartungsmaßnahme nicht durchgeführt wurde, was zu einer Signaldrift führt. Signale der internen Standards können darüber hinaus dazu verwendet werden, andere Probleme in Zusammenhang mit der Probe wie Matrix- oder Ionisationsunterdrückung zu erkennen. Auch in diesem Fall kann die Optimierung für eine bessere Robustheit des Plasmas diese Probleme reduzieren oder vermeiden.

Einfache Vermeidung von Serviceeinsätzen

Probleme wie langsame Stabilisierung, Verschleppung, instabile interne Standards und nicht-lineare Kalibrierungen führen häufig dazu, dass der Kundendienst angefordert wird. Die Ausfallzeiten in Zusammenhang mit diesen Problemen können häufig vermieden werden, wenn bei der Probenvorbereitung mindestens 0,5 % HCl zu den Proben zugegeben wird. Die Zugabe von HCl löst sogar die Probleme mit der Spülung und auch Probleme im Zusammenhang mit der Analyse von Quecksilber, von dem die meisten Analytiker annehmen, dass es mittels ICP-MS nicht analysiert werden kann. Die Verwendung der Kollisions-/Reaktionszelle im Heliummodus des ICP-MS vermeidet Interferenzen, die auf der Anwesenheit von Cl durch die Zugabe von HCl basieren.

Ein regelmäßiger Austausch des Pumpenschlauchs der peristaltischen Pumpe kann ebenfalls die Probleme wie langsame Stabilisierung oder Spülung reduzieren, da ein alter Pumpenschlauch mit einer Schicht belegt sein kann, die die Adsorption bestimmter adsorptiver Elemente erhöht.



Tipps für die Messung von Proben mit hohem Matrixanteil

Das Messen von Proben mit hohem Matrixanteil führt oft dazu, dass eine häufigere Reinigung erforderlich ist. Ist das Plasma nicht gut optimiert, wird die Matrix nicht vollständig abgebaut. Dies führt dann zu Ablagerungen an den Interfacekonen.

Sollten Ihnen Proben mit hohem Matrixanteil Probleme bereiten, gibt es ein paar einfache Strategien, die Sie nutzen können:

- Optimieren Sie die Plasmabedingungen, um ein robusteres Plasma zu erhalten (geringerer CeO-Anteil). Bei Agilent ICP-MS-Systemen erzielen die Voreinstellungen robuste Bedingungen, aber neue Nutzer und Nutzer, die von Systemen anderer Hersteller umsteigen, sind sich dessen unter Umständen nicht bewusst.
- Erhöhen Sie die Verdünnung, beispielsweise durch die Verwendung eines höheren Aerosol-Verdünnungsfaktors. Die Verdünnung der flüssigen Probe – entweder manuell oder mittels Verdünnungssystem – kann auch durchgeführt werden, wobei diese Maßnahme zusätzliche Zeit und Kosten verursacht.
- Verwenden Sie ein Schaltventil wie das integrierte Probeneinführungssystem (ISIS) von Agilent, um die Zeit, während der die Probe angesaugt wird, zu verkürzen und die Spülzeit zu verlängern. Diese Veränderung reduziert die Gesamtsalzzlast der Matrix auf das Interface und reduziert damit die Drift und bietet außerdem eine deutliche Steigerung des Probendurchsatzes.

Sind ungelöste Partikel, die beispielsweise zu häufigen Verstopfungen am Zerstäuber führen, ein Problem, können Sie folgende Schritte durchführen:

- Filtrierung oder Zentrifugierung der Proben.
- Einstellung der Eintauchtiefe der Sonde des automatischen Probengebers in die Probe auf einen größeren Abstand zum Gefäßboden, um die Wahrscheinlichkeit zu minimieren, dass Partikel vom Gefäßboden von der Sonde angesaugt werden.
- Austausch der Art des Zerstäubers, den Sie benutzen: Verwendung eines Zerstäubers mit einem Probenweg, der einen größeren Innendurchmesser hat und nicht so leicht verstopft.

Die Häufigkeit der Reinigung, die Sie durchführen sollten, hängt vom Typ der Proben, die Sie analysieren, und von der Art und Weise, wie das System optimiert ist, ab. Ergeben Ihre Blindproben kleine Signale, ist die Empfindlichkeit hoch genug und die Stabilität gut genug, dann brauchen Sie das System wahrscheinlich nicht zu reinigen. Langfristig sind die Ergebnisse häufig besser, wenn Sie nicht fortwährend mit einem vollständig gereinigten System starten.



Agilent Captiva Spritzenfilter

Captiva Einmalfilter bieten hohe Flussraten und Kapazitäten. Sie sind mit einer Reihe unterschiedlicher Membrantypen und Porengrößen passend für Ihre Anwendungen erhältlich. Der scheibenförmige Filter passt auf eine Spritze und ermöglicht, dass die Lösung direkt in das Probenröhrchen filtriert wird.

Für Spektroskopie-Anwendungen empfohlene Filter:

- Captiva Premium, 100 St., PTFE, 0,45 µm Porengröße, 15 mm Durchmesser (Best.-Nr. 5190-5085) oder 25 mm Durchmesser (Best.-Nr. [5190-5087](#))
- Captiva Econofilter, 1000 St., PTFE, 0,45 µm Porengröße, 13 mm Durchmesser (Best.-Nr. 5190-5266) oder 25 mm Durchmesser (Best.-Nr. [5190-5268](#))

Lernen, Probleme selbst zu beheben

Sie können viele Probleme des Geräts selbst beheben –wenn Sie wissen wie. Mehr als 40 % der ICP-MS-Serviceeinsätze⁶ hätten vermieden werden können, hätte der Nutzer die Fehlersuche und grundlegende Routinemaßnahmen zur Reinigung und Wartung selbst durchführen können.

Neue Nutzer der ICP-MS werden üblicherweise mit Anweisungen zu Routinewartungsaufgaben versorgt, wissen möglicherweise aber nicht, welche der Maßnahmen Priorität haben. Einige Analytiker reinigen die Interfacekonen täglich oder als erste Reaktion auf Probleme mit der Geräteleistung. Das Reinigen der Konen verschlechtert zwar die Leistung wahrscheinlich nicht, aber es beansprucht Zeit und ist häufig unnötig. Außerdem dauert es eine gewisse Zeit, bis ein gereinigter (oder neuer) Konus nach dem Einbau stabilisiert und die Konusoberfläche durch die Exposition gegenüber der Probenmatrix konditioniert ist. In dieser Zeitspanne kann es zu einem weniger stabilen Signal kommen, sodass mit einem weiterhin verwendeten gebrauchten Konus der Start schneller erfolgt und die Stabilität besser ist. Es ist geschickter, Wartungsmaßnahmen durchzuführen, wenn diese zur Aufrechterhaltung der Geräteleistung erforderlich sind, und nicht, weil man einem Plan folgt, der dem Typ und der Anzahl der analysierten Proben keine Rechnung trägt.

Technische Ressourcen wie die Online-Hilfe, Schulungstutorials und die Systemdokumentation, die mit dem Gerät geliefert werden, bieten eine Hilfestellung bei der Aufrechterhaltung der Leistung. Das Hilfe- und Lernsystem des 7850 ICP-MS enthält viele interaktive Anleitungen und Video-Tutorials über gängige Wartungsaufgaben zur Erhaltung einer guten Geräteleistung. Wenn Sie dazu in der Lage sind, häufig auftretende Probleme selbst zu beheben, bedeutet dies, dass Ihr Gerät in Betrieb ist und nicht still steht, während Sie unnötigerweise auf einen Servicetechniker warten.



Videos für übliche Aufgaben sind im Hilfe- und Lernsystem des 7850 enthalten.

6. Zahl basiert auf Serviceeinsatzdaten von Agilent.



Agilent 7850 ICP-MS

Befreien Sie Ihre ICP-MS-Analysen mit dem Agilent 7850 ICP-MS von üblichen Zeitfallen. Dies ist die intelligente Art, Zeitverschwendung zu reduzieren, sodass vielbeschäftigte Mitarbeiter sich auf wertschöpfende Aufgaben konzentrieren können. Das 7850 ICP-MS kann Proben mit einem Matrixanteil von bis zu 25 % analysieren und so die Zeit für Verdünnungen reduzieren. Das Gerät verfügt über eine Kollisionszelle für den Heliummodus und die Half-Mass-Korrektur, die Interferenzen durch Molekülionen und doppelt geladene Ionen vermeiden. Damit wird die Methodenentwicklung einfacher und eine häufige Ursache für zeitverschwendende Wiederholungsanalysen wird vermieden.

Weitere Informationen finden Sie unter: www.agilent.com/chem/7850icpms

Weitere Informationen:

www.agilent.com/chem/

Online-Store:

www.agilent.com/chem/store

Erhalten Sie Antworten auf Ihre technischen Fragen
und greifen Sie auf Ressourcen in der Agilent Community zu:

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.

DE44236.3635416667

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Veröffentlicht in den USA, 10. Februar 2021
5994-2895DEE

