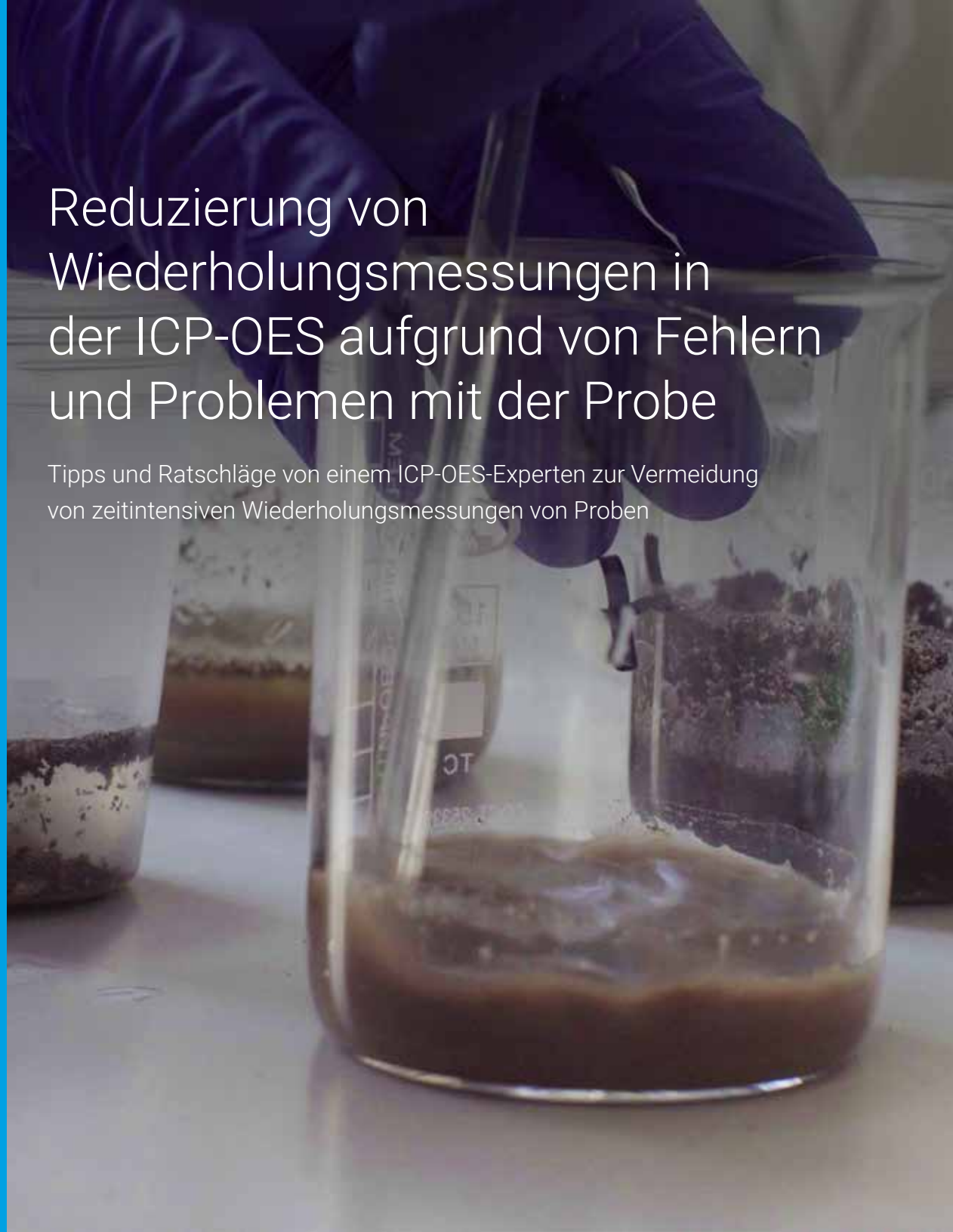


Reduzierung von Wiederholungsmessungen in der ICP-OES aufgrund von Fehlern und Problemen mit der Probe

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



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

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

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

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

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

1. Probleme aufgrund der Charakteristik der Probe.
2. Analytische Fehler bei der Probenvorbereitung und der Messung sowie.
3. Probleme aufgrund von Gerätefehlern.

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

F:

Welche häufigen Probleme in der ICP-OES kennen Sie aus den Laboren, die auf Probenfehler zurückzuführen sind?

A:

Bei allen Elementspektroskopie-Techniken sind viele dieser Probleme anzutreffen. Sie reichen von Fehlern bei der Herstellung von Kalibrierungsstandards und Probenverwechslungen bis hin zu Proben mit Analytkonzentrationen, die oberhalb des Kalibrierungsbereichs liegen. Außerdem gibt es Störungen. Eine in allen ICP-OES-Analysen besonders problematische Quelle von Störungen sind spektrale Störungen.



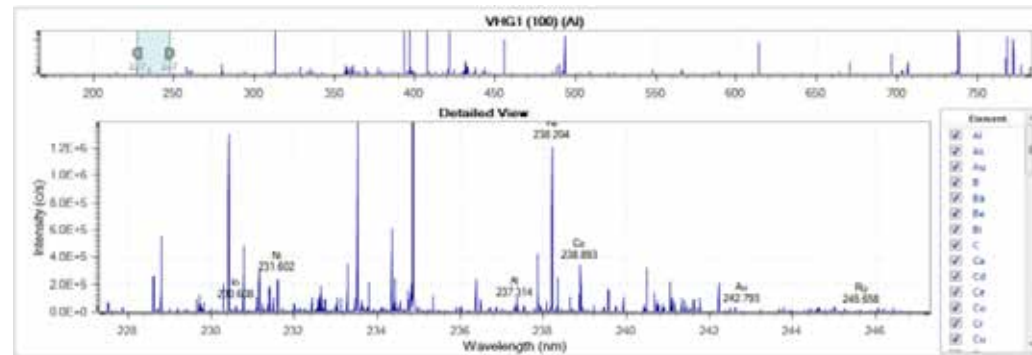
F:

Können Sie die spektralen Störungen genauer erklären?

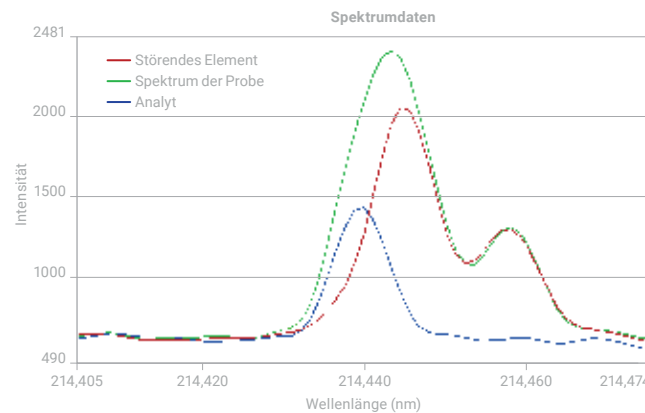
A:

Im Wellenlängenbereich des UV-Vis-Spektrums gibt es zehntausende Emissionslinien der Elemente. Diese Linien entstehen, wenn ein angeregtes Atom oder Ion in den Grundzustand zurückkehrt. Manchmal treten Emissionen von verschiedenen Elementen in der Probe bei Wellenlängen auf, die sehr nahe beieinander liegen.

Ein Element, von dem Sie nicht wissen, dass es vorliegt, oder ein Element in einer hohen Konzentration kann ein fälschlicherweise zu hohes Ergebnis für Ihren relevanten Analyten verursachen. Die Abbildung rechts zeigt, was passiert.



Im Wellenlängenbereich des UV-Vis-Spektrums (ungefähr 160 bis 800 nm) gibt es zehntausende Emissionslinien der Elemente. In dieser Abbildung sind nur die Emissionslinien in einem 25-nm-Bereich von 225 nm bis 250 nm gezeigt.



Diese Abbildung verdeutlicht, wie spektrale Störungen entstehen. Der relevante Analyt (blaue Linie) hat eine Emissionslinie, die sehr nahe bei der eines anderen Elements (rote Linie) liegt. Das Gesamtsignal (grüne Linie) wird als Emission des relevanten Analyten gemessen. Das verursacht ein fälschlicherweise zu hohes Ergebnis im Bericht für dieses Element.

Fallstudie

Laut Office of Technical Standards der US-EPA geben Labore, die Thallium in Umweltproben messen, in nahezu 100 % der Fälle fehlerhaft hohe Ergebnisse in ihren Berichten an. Für Arsen sind dies 25 bis 50 % der Fälle.

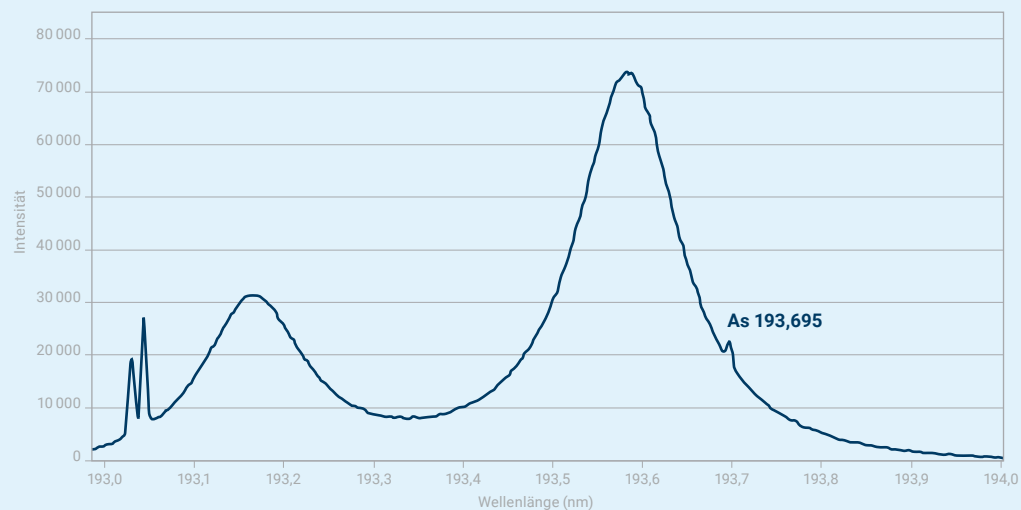
Ein Bericht des Office of Technical Standards der amerikanischen EPA¹ schätzt, dass 25 bis 50 % der Arsenergebnisse, die mit der ICP-OES für Umweltberichte ermittelt werden, falschpositiv sind.

Diesem Phänomen wird allerdings bisher wenig Aufmerksamkeit geschenkt und es ist bei Umweltanalytikern wenig bekannt.

Werden Entscheidungen aufgrund falschpositiver Daten gefällt, kann dies zu teuren, unnötigen Reaktionsmaßnahmen führen.

Das Potential für verzerrte Ergebnisse für Arsen in der ICP-OES ist gegeben, weil relativ schwache Emissionslinien (Wellenlängen) von Arsen in der Nähe einer von mehreren sehr starken Emissionslinien von Aluminium liegen oder von ihr überlappt werden. Obwohl die US-EPA-Methode 6010 193,696 nm als Emissionslinie für As empfiehlt, wird das Hintergrundsignal

stark durch ein breites und überlappendes „selbst-ionisierendes“ Dublett (oder dielektronische Rekombination) von Aluminium beeinträchtigt. Dieses erhöhte Hintergrundsignal reduziert die Nachweisbarkeit von Arsen in Proben mit hohen Konzentrationen an Aluminium. Das folgende Spektrum zeigt, dass die Emissionslinie bei 193,696 nm einer Arsenprobe mit 2 mg/l in einer Lösung, die 5000 mg/l Aluminium enthält, kaum sichtbar ist.



1. United States Environmental Protection Agency (EPA). (2001a). OTS Alert #2, Use of the ICP analytical method (CLP SOW ILM04.1, SW-846 6010, MCAWW 200.7) for drinking water samples may result in false-positive detections of arsenic, lead, and/or thallium above their respective MCLs. Office of Technical Standards. Washington, DC.

F:

Wie kann man spektrale Störungen ausschalten, um richtige Ergebnisse für eine Probe sicherzustellen?

A:

Weiß man, dass man es mit spektralen Störungen zu tun hat, oder wird dies vermutet, besteht die erste einfache Strategie darin, die Messung für jedes Element bei mehreren Emissionslinien durchzuführen.

Die Verwendung einer anderen Emissionslinie und die Vermeidung der Interferenz ist ein Weg, die spektrale Störung in Proben mit komplexer Matrix auszuschalten. Es ist sehr selten, dass mehrere Emissionslinien vom gleichen Element gestört werden. Wenn also mehrere Emissionslinien das gleiche Ergebnis liefern, werfen Sie Ausreißer und wählen Sie das Ergebnis der übrigen Linien, die die beste Analyseleistung zeigen.

Wie kann man aber eine spektrale Überlappung in einem großen und komplexen Datenset erkennen?

„Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Systeme verwenden hierfür Datenanalysen, die im Programm ICP Expert integriert sind, um zu tun, was auch ein erfahrener Analytiker zur Erkennung von spektralen Störungen tun würde.“

Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Systeme verfügen über die Funktion IntelliQuant, die alle Emissionen im gesamten Wellenlängenbereich für eine Probe erfasst. Die Funktion verwendet hierfür Datenanalysen, was auch ein erfahrener Analytiker zur Erkennung von spektralen Störungen tun würde.

Bei der Verwendung mehrerer Wellenlängen für ein Element, kann ein Schwellenwert für die relative Standardabweichung eingestellt werden. Wird dieser Schwellenwert für eine Wellenlänge überschritten, wird eine Warnmeldung ausgegeben. Anschließend kann der Analytiker die Sternbewertung von IntelliQuant zur Überprüfung auf Interferenzen bei dieser Wellenlänge verwenden.

IntelliQuant führt automatisch eine Bewertung für jede Emissionslinie durch, die auf der Nähe und der relativen Größe des störenden Signals zum Analytsignal beruht. Dadurch wird es einfacher, das genaueste Ergebnis in den Bericht aufzunehmen.

Bei regulierten oder validierten Methoden mit spektralen Störungen kann man entsprechende Lösungen vorbereiten und Faktoren für die Interelementkorrektur (IEC) entwickeln, um die Störungen zu kompensieren. Alternativ können Modelle zur Interferenzkorrektur verwendet werden, um den Beitrag des störenden Elements auszuschalten.



Element	Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
As			188.980	★★★★★	283.68	6054.4	11094.8
			193.696	★	150.48	2685.5	60215.4
			197.198	★	147.53	2780.4	59929.1
			228.812	★	197.55	1659.7	2916.2
			234.984	★	144.97	3122.3	5985.1
			200.334	★	271.94	1674.9	24115.1
			198.971	★	226.05	1179.7	58254.8
			278.827	★	75.87	884.1	12627.4
			175.800	★	276.80	112.1	1368.3
			180.664	★	147.58	112.8	1896.6

IntelliQuant vergibt für jedes Ergebnis von jeder Wellenlänge eine Sternbewertung. Die beste Wellenlänge für die Berichterstellung oder zur Optimierung der Methode kann dann einfach ausgewählt werden. In diesem Fall, in dem die Emissionslinie bei 193,696 nm für As von Al gestört wird, hat IntelliQuant die Linie bei 188,980 nm als beste Linie ausgewählt.

F:

Wie sieht es mit Problemen bei der Kalibrierung aus? Welche Fehler gibt es Ihrer Meinung nach am häufigsten?

A:

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 oder durch die versehentliche Verwendung der falschen Stammlösung geschehen.

Menschliche Fehler auszuschalten ist wichtig, um Fehler bei der Kalibrierung zu reduzieren. Automatisieren Sie so viel wie möglich: Automatische Verdünnungssysteme können Kalibrierungsstandards herstellen. Multielement-Kalibrierstandards kann man kaufen, man muss sie nicht selbst herstellen. Überprüfen Sie Ihre Verfahren mit dem Ziel, sie fehlersicher zu machen. Der japanische *Poka-yoke*³-Ansatz ist hierfür nützlich. Dokumentieren Sie das endgültige Verfahren und schulen Sie Ihre Analysten.

Behörden wie die US-EPA fördern die gute analytische Praxis; bei ihren Methoden gibt es integrierte Qualitätskontrollen (QC), die zum Auffinden von Kalibrierungsfehlern hilfreich sind. Methoden der US-EPA enthalten beispielsweise sowohl Tests für eine

anfängliche Überprüfung der Kalibrierung (Initial Calibration Verification, ICV) als auch Tests für eine ständige Überprüfung der Kalibrierung (Continuing Calibration Verification, CCV). Sie werden dazu verwendet, die Gültigkeit der Kalibrierung zu gewährleisten. Moderne Geräte unterstützen die Erstellung von Methoden, die diese Tests enthalten. Verwenden Sie diese Qualitätskontrollmessungen auch für nicht regulierte Methoden, um die Qualität der Kalibrierung sicherzustellen.

Ein einfaches Maß für die Qualität der Kalibrierung ist der Korrelationskoeffizient, der R-Wert. R ist ein Maß für die Linearität der Kalibrierung. Er wird üblicherweise von der Software des Geräts berechnet und auf der Kalibrierungskurve angegeben. Ein noch besseres Maß für die Qualität der Kalibrierung ist der prozentuale relative Standardfehler (%RSE). Große Vertragslabore stellen für diesen Wert in der Regel einen Grenzwert ein, um ihren Mitarbeitenden eine Faustregel an die Hand zu geben, ob eine Kalibrierung gut genug ist oder nicht. Schwellenwerte für Alarmmeldungen können in der Software der neuen Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte eingestellt werden.

Laborzeitschriften, die Themen zur Spektroskopie enthalten, stellen auch eine nützliche Informationsquelle dar. Sie helfen Ihnen dabei, im Hinblick auf Geräte und Techniken auf dem neuesten Stand zu bleiben, und unterstützen darin, Fehler bei der Kalibrierung zu vermeiden. Die offiziellen

Analysemethoden der AOAC und die ASTM-Methoden sind weitere nützliche Informationsquellen.

Ein guter Tipp für ICP-OES-Analysen ist es, eine weniger empfindliche Wellenlänge für ein Element zu verwenden, um den linearen Bereich der Kalibrierungskurve zu erweitern. Sie können auch die radiale (seitliche) Beobachtung eines ICP-OES-Geräts mit Dual View auswählen, um das gleiche zu erreichen. Geräte von Agilent empfehlen automatisch die beste Wellenlänge, je nach dem, was in der Probe vorliegt (und von der IntelliQuant-Funktion bestimmt wurde). Dieser Ansatz unterstützt die Vermeidung von zeitaufwändigen Wiederholungsmessungen von Proben, die oberhalb des kalibrierten Bereichs liegen.



Multielement-Kalibrierstandards reduzieren die Gefahr von Fehlern bei der Herstellung von Standardlösungen. Eine große Bandbreite an Multielement-Kalibrierstandards von Agilent finden Sie unter: www.agilent.com/en/product/chemical-standards

F:

Sind Kontaminationen heute immer noch ein Problem im Labor?

A:

Ja, Kontaminationen verursachen immer noch Probleme in der Elementanalytik. Natürlich treten diese Probleme eher bei hoch empfindlichen Techniken wie der ICP-MS auf, aber sie beeinträchtigen auch die ICP-OES. Sie können eine Reihe von Ursachen haben.

Eine schlechte Laborpraxis kann Kontaminationsprobleme verursachen, insbesondere bei der Messung von Analyten im Spurenbereich. Stellen Sie sich vor, Sie führen einen sauren Aufschluss in einem Mikrowellengefäß durch. Haben Sie das Mikrowellengefäß nach der vorherigen Probe nicht richtig gereinigt, entstehen Verschleppungen, die Ihre nächste Probe kontaminiert.

Sie können Kontaminationen durch unzureichende Reinigung erkennen, indem Sie eine Blindprobe der Probenvorbereitung in die Analysenreihe aufnehmen. Eine Blindprobe der Probenvorbereitung ist eine Lösung ohne Probe, 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.

„Eine Probe mit überraschend komplizierter Matrix in einer Probencharge kann zur Kontamination der nächsten Probe aufgrund der Verschleppung stark adsorptiver Elemente wie Bor, Molybdän oder Wolfram führen.“

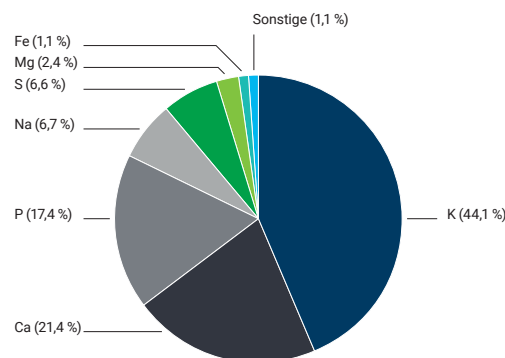
Eine Kontamination kann auch aus einer zuvor analysierten Probe in die nächste Probenreihe eingeschleppt werden. Eine Probe mit überraschend komplizierter Matrix in einer Probencharge kann zur Kontamination der nächsten Probe führen, insbesondere bei der Verschleppung stark adsorptiver Elemente wie Bor, Molybdän oder Wolfram. Diese Elemente adsorbieren an den Komponenten des Probenaufgabesystems. Und dies kann zu fehlerhaften Ergebnissen bei den nachfolgenden Proben führen.

ICP-OES-Geräte bieten Möglichkeiten, Verschleppungen von Probe zu Probe auszuschalten. Manche Geräte haben eine automatisierte Spülfunktion, die das Signal während eines Spüllzyklus überwacht. Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte verfügen über eine intelligente Spülfunktion, die automatisch Spüllösung pumpt, bis das Signal unter den eingestellten Schwellenwert fällt.

Die Verwendung zweier Spülstationen kann bei der Kontamination durch stark adsorbierende Elemente Abhilfe schaffen. Eine Spüllösung besteht dann aus einer starken Säure oder einem Komplexbildner, die die adsorbierenden Elemente aus dem Probenaufgabesystem entfernen. Die zweite Spüllösung sollte aus der gleichen Matrix bestehen wie die Proben, die Sie analysieren. Außerdem können Schaltventile dabei unterstützen, die Exposition des Probenaufgabesystems gegenüber der Probenmatrix zu minimieren.

Liegt Ihnen eine völlig unbekannte Probe vor, kann sich die Durchführung eines schnellen Scans auszahlen, um festzustellen, welche Elemente es in der Probe gibt und in welchen Konzentrationen.

Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte verfügen über eine IntelliQuant-Screening-Funktion, die schnell abschätzt, wie viele der mehr als 70 Elemente in einer Lösung vorliegen. Dies geschieht in nur 15 Sekunden pro Probe und es können damit Elemente in der Probe entdeckt werden, die nicht miteinander kompatibel sind. Mit diesem Wissen kann die Methode verändert werden, um der Inkompatibilität Rechnung zu tragen. Diese Maßnahme spart Stunden an verschwendeter Zeit für die Vorbereitung und erneute Messung von Proben ein.



Die IntelliQuant-Screening-Funktion der Agilent ICP-OES-Geräte kann die relative Konzentration von Elementen in einer Probe in nur 5 Sekunden bestimmen.

F:

Sie haben Fehler bei der Probenvorbereitung als Fehlerquelle erwähnt. Was kann dagegen getan werden?

A:

Erworbene zertifizierte Referenzmaterialien (CRM) eignen sich bestens dafür, Probleme bei der Probenvorbereitung (und auch Verwechslungen) aufzudecken. Es gibt viele Anbieter und Materialien in vielen verschiedenen Matrixtypen. In der Regel finden Sie ein Referenzmaterial, das Ihrer Probenmatrix stark ähnelt. Ein Referenzmaterial aus Tomatenblättern beispielsweise kann für viele Pflanzen verwendet werden, da ähnliche Matrices vorliegen.

Für Referenzmaterialien sollte genau das gleiche Probenvorbereitungsverfahren wie für die Proben durchgeführt werden. Erhalten Sie Ergebnisse, die für alle Elemente den zertifizierten Ergebnissen entsprechen, wissen Sie, dass Ihr Probenvorbereitungsverfahren gut ist und Ihre Ergebnisse stimmen.



Ein zweiter Vorteil bei der Verwendung von zertifizierten Referenzmaterialien besteht in der Überprüfung, wie gut Ihre Kalibrierung ist. Erhalten Sie für das CRM die richtigen Ergebnisse, ist Ihre Kalibrierung zuverlässig.

Einer der häufigsten Gründe für Wiederholungsmessungen von Proben ist es, dass bei sauren Aufschlüssen Fehler gemacht werden. Dabei kommt es vor, dass das Hinzufügen einer Säure vergessen wird oder dass die falsche Säure zugegeben wird. Das ist ein von viel beschäftigten Labormitarbeitern häufig gemachter Fehler.

„Ein häufiger Grund für Wiederholungsmessungen von Proben sind Fehler beim Aufschluss der Proben. Ein viel beschäftigter Labormitarbeiter kann leicht die Zugabe einer Säure vergessen oder die falsche Säure zugeben. Solche Fehler können leicht erkannt werden, bevor Sie viele Proben erneut messen müssen.“

Ein wertvoller Tipp zum Auffinden solcher Fehler ist es, die Elemente zu überwachen, die nach einer korrekten Probenvorbereitung vorliegen müssen. Sollte beispielsweise Salzsäure zugegeben worden sein, überwachen Sie den Chlorgehalt Ihrer Proben. Für Phosphorsäure überwachen Sie Phosphor und für Salpetersäure Stickstoff. Erscheinen diese Elemente nicht in den Ergebnissen oder ist ihr Anteil nicht hoch genug, wissen Sie, dass die Zugabe der Säure zum Aufschluss vergessen wurde.

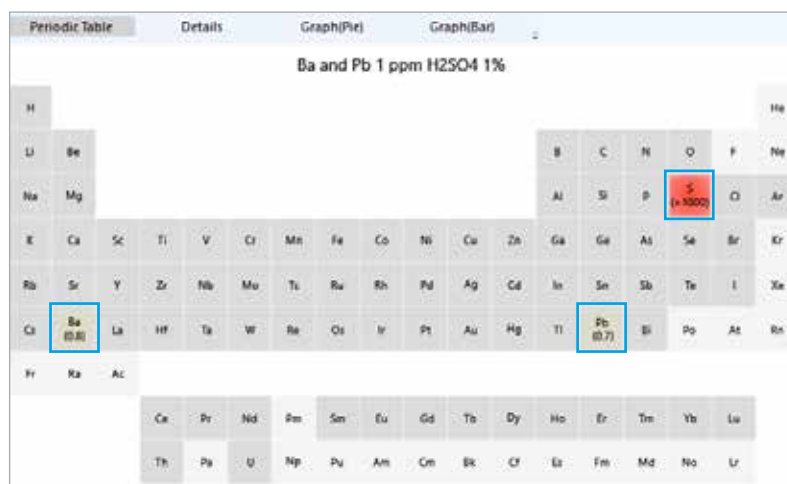
Auch hier ist die IntelliQuant-Funktion sehr hilfreich zum Aufdecken von Probenvorbereitungsfehlern. Die Funktion kann die Konzentration von ungefähr 70 Elementen in einer Probe messen. Mit einem Blick auf das farbkodierte Periodensystem für jede Probe können Sie schnell erkennen, ob die Elemente, die durch die Säuren des Aufschlusses vorhanden sein sollten, auch wirklich vorhanden sind. Wenn Sie dies routinemäßig für eine Blindprobe am Anfang der Probenvorbereitung einer Probenserie durchführen, ist dies ein gutes Frühwarnsystem. Ist kein Chlor oder Schwefel oder ein anderes Element der Aufschlusssäure vorhanden, können Sie die Probenserie abbrechen, bevor Sie zu viel Zeit mit der Analyse der Proben, die falsch vorbereitet wurden, verschwenden.



Hoppla! Jemand hat vergessen, Salzsäure in den Aufschluss der Probe zu geben. Die IntelliQuant-Funktion bestimmt bis zu 70 Elemente in einer Probe und gibt die relativen Konzentrationen in einer Heat Map an. Rot dargestellte Elemente liegen in hoher Konzentration, orange dargestellte in mittlerer Konzentration und gelb dargestellte in geringer Konzentration vor. Nicht farbig dargestellte Elemente liegen in der Probe nicht in nachweisbaren Konzentrationen vor. In diesem Fall fehlt Cl, was darauf hinweist, dass HCl bei der Probenvorbereitung nicht zugegeben wurde.

Die IntelliQuant-Funktion kann auch zur Fehlersuche bei chemischen Problemen der Probe eingesetzt werden. Blei und Barium beispielsweise können aus der Lösung ausfallen, wenn große Mengen an Schwefel in der Probe vorhanden sind. Schwefel gelangt in der Regel durch die Zugabe von Schwefelsäure zum Aufschluss in die Probe. Der Niederschlag sinkt zum Boden des Probengefäßes und wird nicht dem Plasma zugeführt. Auf diese Weise entstehen zu geringe Ergebnisse für diese beiden Elemente. Erhalten Sie geringe Wiederfindungsraten für Blei und Barium für Ihre zertifizierten Referenzmaterialproben, können Sie die IntelliQuant-Funktion zur Fehlersuche verwenden. Ergibt die Funktion große Mengen an Schwefel und geringe Mengen an Blei und Barium, haben Sie Ihr Problem gefunden.

Anbieter von Standard-Referenzmaterialien stellen viele Informationen zu chemischen Inkompatibilitäten zur Verfügung. Diese Informationen können zur Methodenentwicklung oder zur Fehlersuche bei Problemen mit den Ergebnissen eingesetzt werden.



Große Mengen an Schwefel verursachen das Ausfallen von Barium- und Bleisulfat, was zu fälschlicherweise zu niedrigen Ergebnissen für Ba und Pb führt.

F:

Wie sieht es mit Verwechslungen aus?
Wie kann man diese verhindern?

A:

Häufig kommt es zur Verwechslung von Proben, wenn sie falsch ins Rack des automatischen Probengebers gestellt werden. Oder Probenracks werden beim Beladen des automatischen Probengebers vertauscht.

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 Agilent ICP Expert-Software ist mit dem Einsatz von Strichcode-Lesegeräten kompatibel. So können Probenverwechslungen und damit Wiederholungsmessungen reduziert werden. Die Verwendung von QC-Lösungen und Probenduplikaten in der Probenserie kann auch hilfreich sein.

Einige Labore haben damit begonnen, den Aufschluss der Probe im gleichen Teströhrchen durchzuführen, 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 für den automatischen Probengeber. Das macht einen Probentransferschritt überflüssig und reduziert so die Wahrscheinlichkeit einer Verwechslung. Ist auf dem Aufschlussröhrchen ein Strichcode angebracht, können Sie es direkt in das Rack des automatischen Probengebers stellen und die Probe automatisch zur Probenserie hinzufügen lassen.



F:

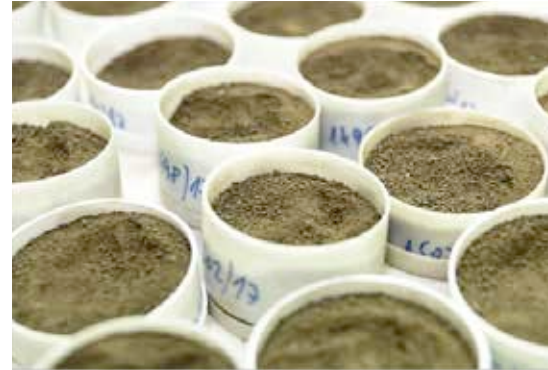
Proben mit komplizierter Matrix waren lange Zeit mit elementspektroskopischen Techniken nur schwer zu analysieren. Welche Innovationen gibt es, die dies jetzt erleichtern?

A:

Im Labor müssen häufig große Mengen an Probe aufgeschlossen werden, um für Elemente im Spurenbereich in der Probe gute Wiederfindungsraten zu erzielen. Spuren von Quecksilber in Lebensmittelproben oder Spuren von Gold in Mineralproben sind gute Beispiele hierfür. Dieser Ansatz kann zur Folge haben, dass die Probe eine Salzfracht von mehr als 20 % hat. Diese Feststoffe können verheerende Auswirkungen auf das Probenaufgabesystem und die Fackel des ICP-OES haben, da sie sich ablagern und Blockagen verursachen.

Die größte Veränderung bei ICP-OES-Geräten zur Verbesserung der Analyse dieser Proben mit hoher Salzfracht ist die stehende (vertikale) Fackel. Eine horizontale Fackel wird schnell in Mitleidenschaft gezogen, wenn sich beim Ansaugen von Proben mit hohem Matrixanteil Salze ansammeln. Stehende (vertikale) Fackeln sind in dieser Hinsicht viel weniger empfindlich.

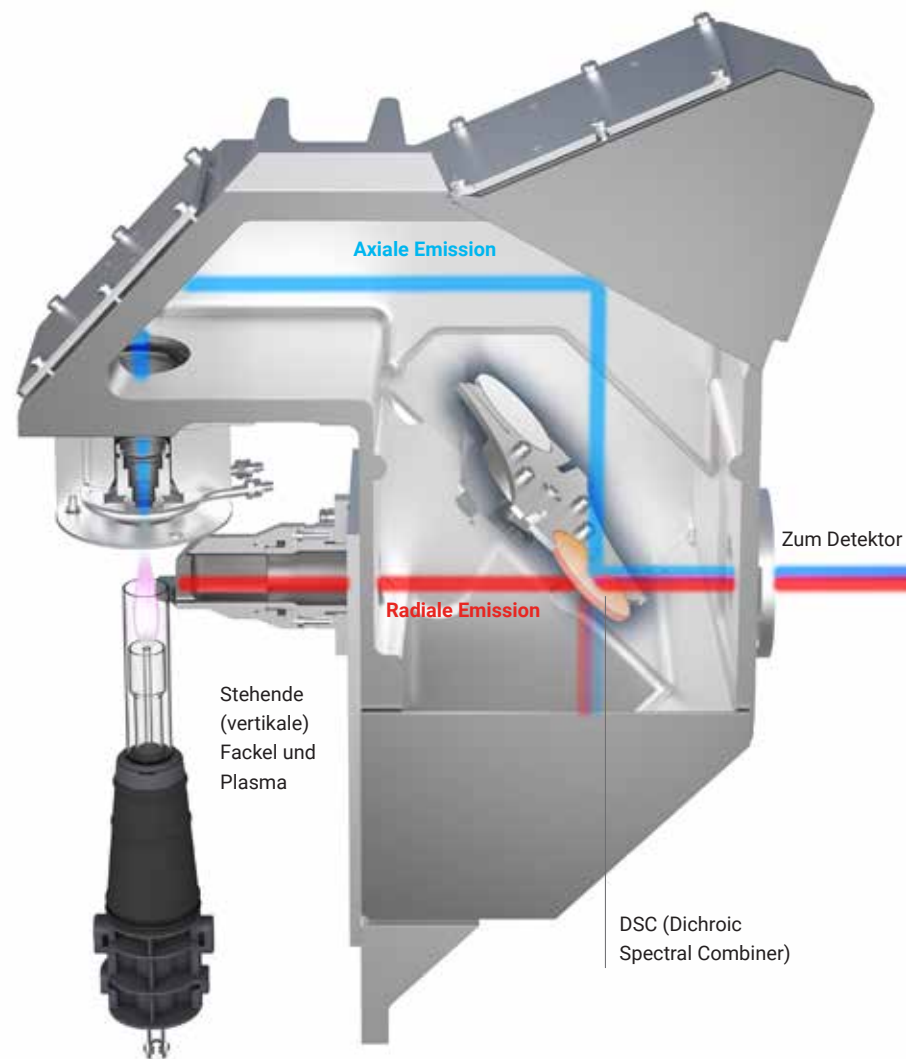
Die meisten ICP-OES-Geräte verfügen heute über das sogenannte Dual View. Sie können auswählen, ob Sie die axiale Beobachtung der Fackel oder die radiale Beobachtung verwenden wollen, je nachdem, welches Element Sie untersuchen. Die axiale Beobachtung erfasst das Licht, das in Richtung der Plasmaachse abgestrahlt wird. Die radiale Beobachtung erfasst das seitlich vom Plasma abgestrahlte Licht. Die radiale Beobachtung eignet sich am besten für Elemente, die viel Licht emittieren oder die wahrscheinlich in einer hohen Konzentration vorliegen. Im Gegensatz dazu erfasst die axiale Beobachtung noch am meisten Licht von Elementen, die wenig Licht emittieren oder die im Spurenbereich vorliegen. Das Problem ist, dass der Wechsel zwischen den Betriebsmodi im Verlauf einer Probenserie zur verschwendeten Zeit bei der Analyse beiträgt. Wir haben das Problem mit einem intelligenten optischen Aufbau gelöst, der zum ersten Mal in unserem Gerät 5100 eingesetzt wurde und jetzt auch in unserem Gerät 5900.



„Die größte Veränderung bei ICP-OES-Geräten zur Verbesserung der Analyse dieser Proben mit hoher Salzfracht ist die vertikale Fackel mit den Möglichkeiten zu radialer oder axialer Beobachtung. Eine horizontale Fackel wird schnell in Mitleidenschaft gezogen, wenn sich beim Ansaugen von Proben mit hohem Matrixanteil Salze ansammeln. Stehende (vertikale) Fackeln sind in dieser Hinsicht viel weniger empfindlich.“

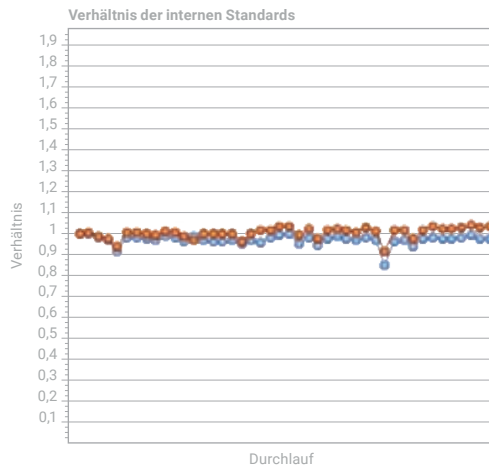
Dafür haben wir eine spezielle optische Komponente entwickelt, den sogenannten Dichroic Spectral Combiner. Diese Komponente war im Gerät 5110 enthalten und wird standardmäßig in unser Gerät 5900 eingebaut. Sie kann Licht sowohl aus der axialen Beobachtung als auch aus der radialen Beobachtung der Fackel gleichzeitig erfassen (siehe Abbildung rechts). Beim Einstellen der Analysenparameter wählt das Gerät automatisch die Beobachtungsrichtung des Plasmas für jedes Element aus, das Sie auswählen. Sagen wir beispielsweise, Sie analysieren abundant vorkommende Elemente wie Kalium oder Natrium sowie in Spuren vorhandenes Magnesium und Bor. Diese Kombination kommt bei landwirtschaftlichen Proben häufig vor. Das 5900 ICP-OES-Gerät wählt für die Messung von Kalium und Natrium automatisch die radiale Beobachtung und für die Spurenelemente die axiale Beobachtung aus.

Die Agilent IntelliQuant-Screening-Funktion ist auch in dieser Situation hilfreich. Sie können Sie dazu verwenden, ein schnelles Proben-Screening durchzuführen, um zu ermitteln, welche Elemente in der Probe vorliegen und in welchen Verhältnissen. Dann können Sie Ihre Methode optimieren oder die Probe verdünnen, um Probleme auszuschalten, weil Elemente in Konzentrationen oberhalb des Kalibrierungsbereichs vorliegen.



Das Agilent 5900 ICP-OES-Gerät enthält eine spezielle optische Komponente, den Dichroic Spectral Combiner (DSC), in der Abbildung orange dargestellt. Sie ermöglicht die zeitgleiche Messung der Emissionen der axialen und der radialen Beobachtung des Plasmas. Dieser Ansatz stellt eine große Zeiteinsparung gegenüber der separaten Messung der jeweiligen Emissionen dar.

„Sollten Sie vergessen, die Flasche mit internem Standard nachzufüllen, macht die Überwachungsfunktion des internen Standards Sie auf dieses Problem aufmerksam.“



Überwachen Sie alle internen Standards in Echtzeit auf einer graphischen Anzeige, um schnell zu erkennen, was in Ihrer Probe passiert. In diesem Beispiel werden in einer Messreihe 2 interne Standards überwacht (rote Linie = Sc, blaue Linie = Y). Der Einbruch der Trendlinie auf einen Wert unter 1 zeigt eine mögliche Signalunterdrückung an und weist den Benutzer darauf hin, dass eine Korrektur anhand der internen Standards für diese Probe erforderlich ist.

Bei Proben mit hohem Matrixanteil werden in der Regel interne Standards eingesetzt. Dies ist insbesondere dann der Fall, wenn Ihre Kalibrierungsstandards nicht auf Ihre Probenmatrix abgestimmt sind. Durch die Überwachung der Ergebnisse für die internen Standards korrigiert die Software automatisch Ihre Probenergebnisse für eine gegebenenfalls auftretende Signalunterdrückung, die von Proben mit hohem Matrixanteil verursacht wird.

Die Agilent 5800 und 5900 Geräte haben eine Funktion, die den Trend der Emissionen der internen Standards im Laufe der Probenserie überwacht und anzeigt. Wenn Sie sehen, dass die Emission eines internen Standards sinkt, wissen Sie, dass das Signal vom

hohen Matrixanteil einer Probe unterdrückt wird. Sie können sich dann entweder auf die automatische Korrektur anhand der internen Standards verlassen oder Sie können die Probe verdünnen, um die Unterdrückung abzuschwächen.

Die Anzeige für den internen Standard ist auch in einem betriebsamen Labor mit vielen Aufgaben, die gleichzeitig erledigt werden müssen, sehr hilfreich. In einer geschäftigen, stressigen Umgebung kann man leicht die kleinste Aufgabe vergessen. Vielleicht vergessen Sie, die Flasche mit internem Standard nachzufüllen. Ist der interne Standard leer, ist auf der Anzeige für den internen Standard ein Abfallen des Wertes zu erkennen.

Darüber hinaus haben wir eine weitere Funktion, das sogenannte Outlier Conditional Formatting (OCF), eingeführt. Mit dieser Funktion können Sie für die Ergebnisse der internen Standards einen Schwellenwert einstellen, sodass Ergebnisse außerhalb des vorgegebenen Bereichs sofort markiert werden.

Proben mit hohem Matrixanteil können Ablagerungen von kristallinen Partikeln auf Komponenten des Probenaufgabesystems verursachen. Diese Kristalle führen letztendlich zu Blockagen und reduzieren das analytische Signal. Verstopfte Zerstäuber können den Ausfall des ICP-OES-Systems verursachen und anschließende Wiederholungsmessungen der Proben erforderlich machen. Die Funktion „Neb Alert“ der Agilent 5800 und 5900 Geräte verwendet intelligente Sensoren, die den Argondruck des Zerstäubers überwachen. Bei einer Verstopfung am Zerstäuber wird der Nutzer darauf aufmerksam gemacht. Eine Undichtigkeit der Zerstäubergasleitung löst ebenfalls eine Warnmeldung aus.



Weiterhin haben wir intelligente Sensoren in die Agilent 5800 und 5900 Geräte integriert, die eine neue Funktion, das System zur Meldung vorbeugender Wartungen (Early Maintenance Feedback, EMF), ermöglichen. Mit dieser Funktion können Alarmmeldungen so eingestellt werden, dass sie auf der Gerätenutzung basieren.

Sie können die Alarmmeldungen so einstellen, dass Sie an folgende Wartungsmaßnahmen erinnert werden:

- Reinigung der Fackel, der Zerstäuber- und des Zerstäubers
- Austausch der Pumpenschläuche
- Reinigung/Austausch des präoptischen Fensters
- Reinigung des Schaltventils
- Durchführung einer Wellenlängenkalibrierung

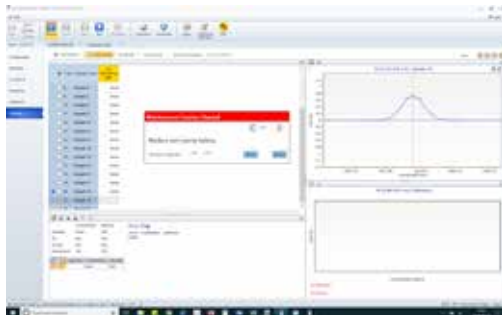
Diese Alarmmeldungen basieren auf der Gerätenutzung, nicht auf der verstrichenen Zeit, sodass Sie Ihren Wartungsplan optimieren können.

F:

Über welche anderen integrierten Überwachungssysteme verfügen moderne Geräte, um Zeit im Labor einzusparen?

A:

Die meisten Labore führen die Reinigung und Wartung der Geräte nach einem Zeitplan durch, um das Auftreten von QC-Fehlern zu reduzieren. Für Labore mit variablem Probenaufkommen könnte dies die Reinigung nach nur 100 Proben in einer Woche bedeuten. Für ein Labor mit hohem Probendurchsatz könnte es eine Reinigung nach 5000 Proben in einer Woche bedeuten. Es ist besser, die Wartung entsprechend der Nutzung des Geräts zu planen, so wie bei der Wartung eines Fahrzeugs.



Die 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte haben intelligente Funktionen zur Überwachung des Gerätestatus. Sie werden anhand der Anzahl an Proben, die Sie als Schwellenwert eingestellt haben, dazu aufgefordert, Wartungsmaßnahmen durchzuführen.



F:

Proben, die oberhalb des Kalibrierungsbereichs liegen, stellen auch seit Langem ein Problem dar. Gibt es in dieser Richtung etwas Neues, das uns weiterhilft?

A:

Normalerweise muss man eine Probe mit einer Konzentration oberhalb des Kalibrierungsbereichs verdünnen und erneut messen. Bei der Messung vieler unbekannter oder untypischer Proben kann dies viel Zeitverschwendung durch das Verdünnen und wiederholte Messen der Proben bedeuten.

Moderne ICP-OES-Geräte ermöglichen in der Regel die Auswahl mehrerer Emissionslinien für die zu messenden Elemente und das ist eine gute Praxis für alle Methoden. Ist die relevante Emissionslinie gesättigt, können Sie für diesen Analyten zu einer weniger empfindlichen Linie wechseln. Damit können Sie das Verdünnen der Probe vermeiden. Sie müssen einen Standard mit höherer Konzentration messen, um die Linearität zu überprüfen, aber Sie sparen Zeit, weil Sie die Probe nicht verdünnen und erneut messen müssen.

Auch hier zahlt sich unsere IntelliQuant-Funktion wirklich aus. Mit der Anwendung des IntelliQuant-Screenings, um eine Vorschau auf die Probe zu erhalten, können Sie schnell überblicken, ob für bestimmte Elemente hohe Konzentrationen vorliegen. Sie können dann die Probe vor der Messung entweder verdünnen oder für dieses Element zu einer weniger empfindlichen Linie wechseln. IntelliQuant schlägt dazu die zu verwendende Wellenlänge vor, abhängig davon, welche anderen Elemente in der Probe vorliegen.

Es gibt automatische Verdünnungssysteme, wie beispielsweise das ESI prepFAST, das eine Probe automatisch verdünnt, wenn deren Konzentration oberhalb des Kalibrierungsbereichs liegt. Markiert das Gerät eine solche Probe, stellt prepFAST automatisch diese Probe am Ende der Probenserie wieder zur Messung ein, nachdem es sie mit der entsprechenden Menge verdünnt hat, um den Kalibrierungsbereich zu erreichen. Haben Sie IntelliQuant zur Bestimmung der geschätzten Konzentration des Elements in der Probe verwendet, können Sie eine im Voraus festgelegte Verdünnung einstellen. Wenn Sie häufig Proben verdünnen und erneut messen müssen, haben sich solche Systeme schnell amortisiert.



„Ist die relevante Emissionslinie gesättigt, können Sie für diesen Analyten zu einer weniger empfindlichen Linie wechseln und vermeiden so die Notwendigkeit für eine Verdünnung.“

Welches ICP-OES entspricht am besten Ihren Anforderungen?



Agilent 5800 ICP-OES

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

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

Agilent 5900 ICP-OES

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

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

Weitere Informationen:

www.agilent.com/chem/

Online-Store:

www.agilent.com/chem/store

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

community.agilent.com

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com

Änderungen vorbehalten.