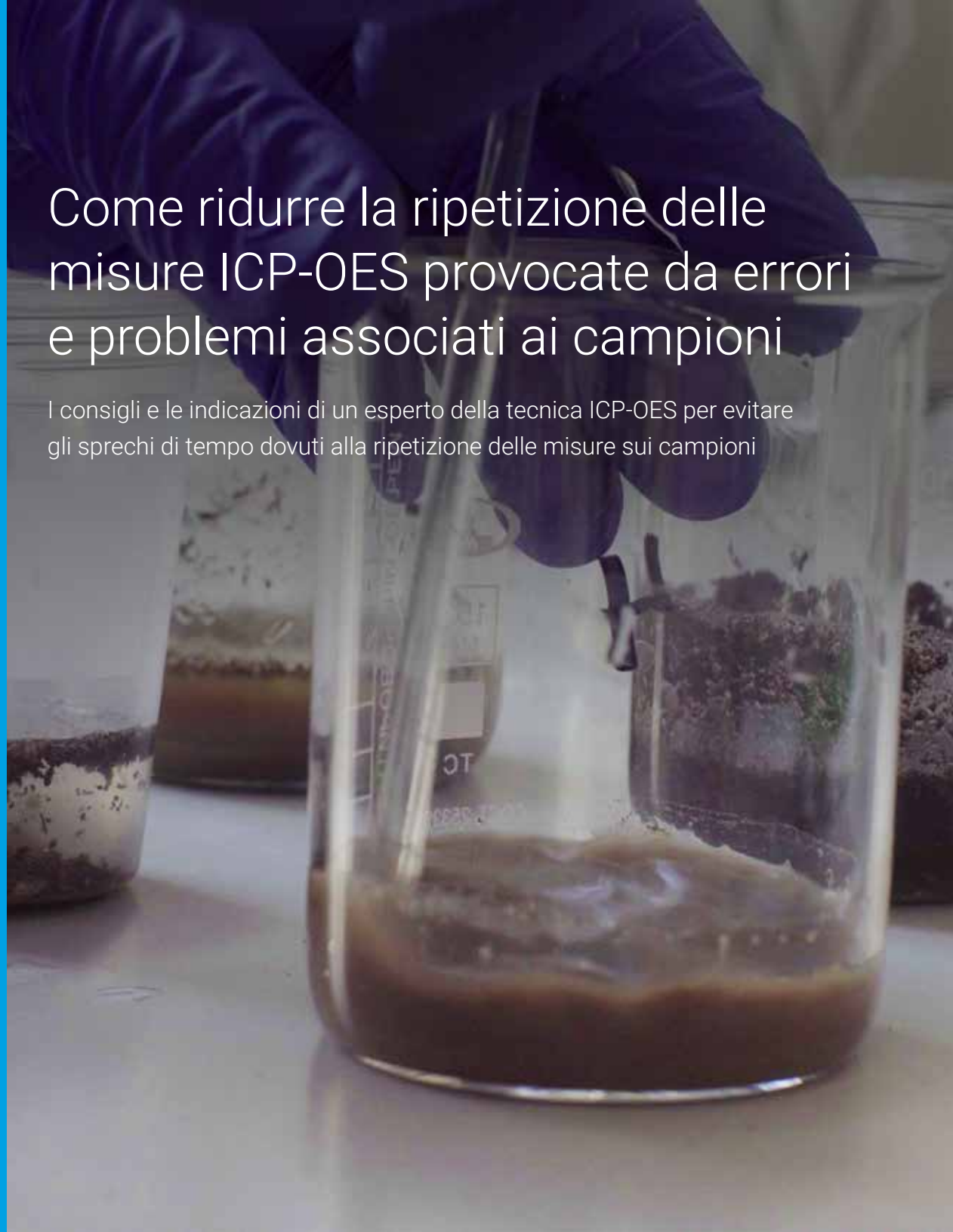


Come ridurre la ripetizione delle misure ICP-OES provocate da errori e problemi associati ai campioni

I consigli e le indicazioni di un esperto della tecnica ICP-OES per evitare gli sprechi di tempo dovuti alla ripetizione delle misure sui campioni



La spettroscopia a emissione ottica con sorgente al plasma accoppiato induttivamente (ICP-OES) è una tecnica affermata per la misura di elementi in soluzione. L'ICP-OES è impiegata frequentemente nei settori minerario, alimentare, agricolo, energetico, chimico e farmaceutico oltre che per il monitoraggio ambientale. Questa tecnica garantisce misure sensibili, accurate e precise della concentrazione degli elementi in un'ampia varietà di tipologie di campioni. Dall'analisi di fanghi e sedimenti, fino all'analisi dell'acqua potabile e dei vini, l'ICP-OES si rivela rapida e affidabile.

L'ICP-OES non è che una nell'ampio ventaglio di tecniche di spettroscopia atomica offerte da Agilent. Le origini della spettroscopia atomica risalgono alla spettroscopia ad assorbimento atomico a fiamma (FAAS), che fu inventata negli anni '50 e che è tuttora impiegata in molti laboratori. All'estremità opposta dell'insieme di tecniche si trova la spettrometria di massa al plasma accoppiato induttivamente (ICP-MS). Si tratta di una tecnica nota per l'alta sensibilità, essendo in grado di misurare elementi a livelli di parti per trilione.

Sebbene il cardine di tutte le tecniche di spettroscopia atomica sia la legge di Lambert-Beer, nella maggior parte dei casi sono necessari un certo bagaglio di esperienze e conoscenze per ottenere risultati accurati e riproducibili. La continua evoluzione degli strumenti, tuttavia, può ridurre il livello di competenze necessarie per effettuare le analisi.

Le moderne automobili hanno conosciuto un analogo percorso di sviluppo. Funzioni quali il sistema di frenata antibloccaggio, le tecnologie di guida assistita e una moltitudine di sistemi di monitoraggio hanno progressivamente ridotto il grado di conoscenze e competenze richieste al conducente. La maggior parte delle persone ormai non porta più con sé la cassetta degli attrezzi che era invece necessaria nel XX secolo per le riparazioni a bordo strada. Allo stesso modo, i moderni strumenti ICP-OES offrono un insieme di "funzioni intelligenti" che aiutano l'analista a individuare e risolvere i problemi. L'analista, quindi, può adottare gli interventi necessari a evitare di dover ripetere le misure sui campioni.

I problemi ICP-OES possono essere suddivisi in tre aree:

1. problemi causati dalle caratteristiche del campione
2. errori analitici commessi nel corso della preparazione e della misura del campione, e
3. problemi causati da anomalie di funzionamento dello strumento

In questo e-book, Ross Ashdown, Agilent Technologies ICP-OES Marketing Manager, illustra i modi in cui i laboratori possono superare i problemi ICP-OES correlati al campione. Impiegando i comuni metodi di controllo della qualità e facendo leva sui progressi fatti segnare dalla strumentazione ICP-OES, gli analisti possono evitare la ripetizione delle misure sui campioni ed essere certi di ottenere la risposta giusta già dalla prima analisi.

D:

Quali sono i problemi ICP-OES correlati al campione che osservi con maggiore frequenza nei laboratori?

R:

Molti dei problemi riguardano tutte le tecniche di spettroscopia atomica. Questi abbracciano gli errori commessi durante la preparazione degli standard di calibrazione, gli scambi accidentali di campioni e la presenza di analiti in concentrazioni superiori all'intervallo di calibrazione. Esistono poi le interferenze. In ogni analisi ICP-OES, un tipo di interferenza particolarmente problematico è l'interferenza spettrale.



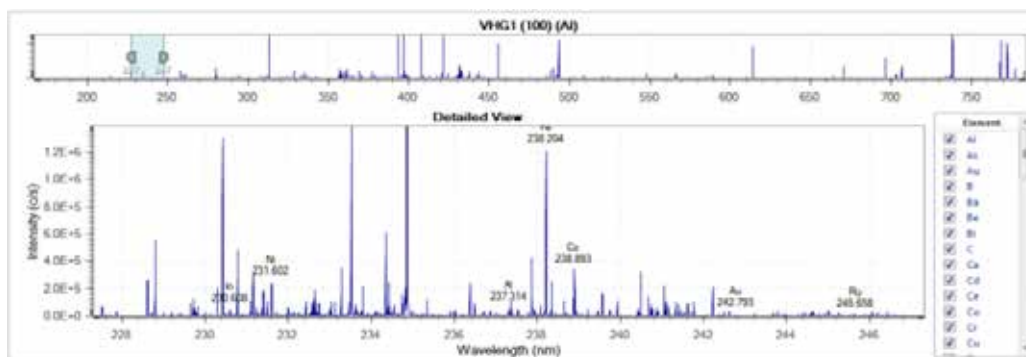
D:

Puoi approfondire il tema delle interferenze spettrali?

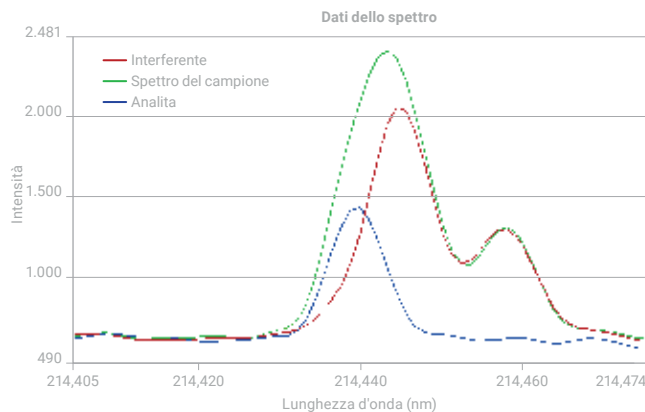
R:

Nell'intervallo di lunghezze d'onda UV-Vis esistono decine di migliaia di righe di emissione degli elementi. Si tratta di righe emesse quando un atomo o uno ione in uno stato eccitato torna allo stato fondamentale. Talvolta può accadere che elementi diversi contenuti nel campione emettano a lunghezze d'onda prossime tra loro.

Un elemento di cui si ignorava la presenza o che è presente ad alta concentrazione può produrre un risultato errato per eccesso per l'analita di interesse. Il diagramma a fianco illustra questa situazione.



Nell'intervallo di lunghezze d'onda UV-Vis (tra 160 e 800 nm circa) esistono decine di migliaia di righe di emissione degli elementi. Sono qui mostrate le righe di emissione in una regione di soli 25 nm compresa tra 225 nm e 250 nm.



Il diagramma illustra il meccanismo di formazione dell'interferenza spettrale. L'analita di interesse (mostrato in blu) possiede una riga di emissione molto vicina a quella di un altro elemento (mostrato in rosso). Il segnale combinato (mostrato in verde) viene misurato come se fosse l'emissione dell'analita di interesse. Pertanto, il risultato ottenuto per tale elemento è troppo elevato.

Case Study

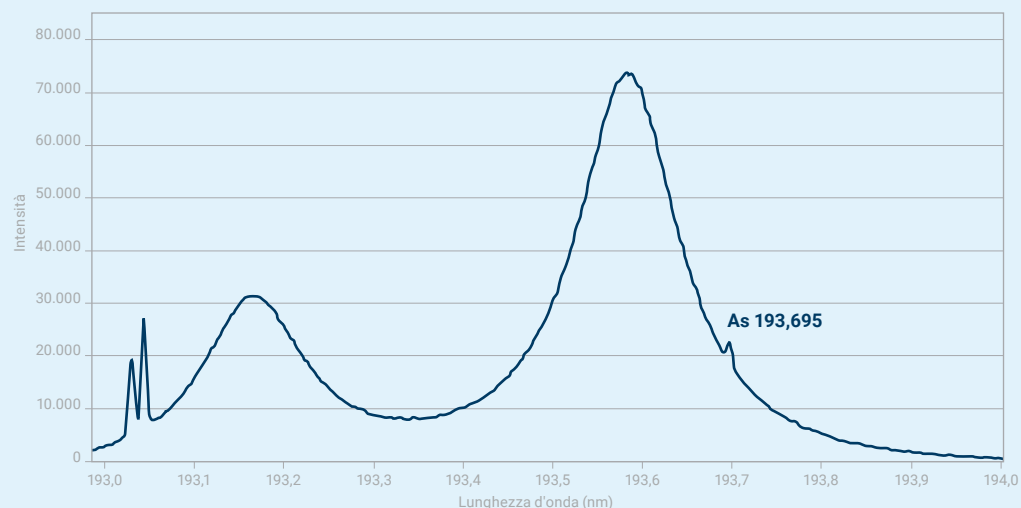
Secondo l'Office of Technical Standards dell'US EPA, i laboratori che eseguono misure del tallio in campioni ambientali refertano risultati errati per eccesso quasi nel 100% dei casi. Per l'arsenico, la percentuale va dal 25 al 50% dei casi.

Un report¹ dell'Office of Technical Standards dell'EPA stima che i dati delle analisi ambientali ICP-OES per l'arsenico possono contenere una percentuale di falsi positivi compresa tra il 25 e il 50%. Questo fenomeno è tuttora oggetto di scarsa attenzione e poco conosciuto nella comunità degli addetti alle analisi ambientali.

I processi decisionali che poggiano su dati distorti da falsi positivi possono tradursi in azioni di risposta costose e non necessarie.

Con la tecnica ICP-OES si possono ottenere risultati distorti per l'arsenico in quanto righe di emissione (lunghezze d'onda) relativamente deboli per l'arsenico sono prossime o sovrapposte a righe di emissione intense dell'alluminio. Sebbene il metodo 6010 dell'US EPA consigli l'uso della riga di emissione dell'As a 193,696 nm, il segnale di

fondo sottostante è fortemente influenzato dalla sovrapposizione di un ampio doppietto di "auto-ionizzazione" (o ricombinazione elettronica) dell'alluminio. In ultima analisi, questo incremento del segnale del fondo riduce la rivelabilità dell'arsenico in campioni contenenti concentrazioni elevate di alluminio. L'immagine che segue mostra come la riga di emissione a 193,696 nm di un campione di arsenico a 2 mg/L sia appena visibile in una soluzione contenente 5.000 mg/L di alluminio.



1. United States Environmental Protection Agency (US 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.

D:

Come si possono evitare le interferenze spettrali per assicurarsi di ottenere le risposte giuste per un campione?

R:

Se un analista ritiene, o sospetta, di avere a che fare con interferenze spettrali, un primo semplice approccio consiste nel misurare più righe di emissione per ciascun elemento.

Utilizzare una riga di emissione alternativa ed evitare l'interferenza è un modo per far fronte all'interferenza spettrale nel caso dei campioni in matrici complesse. È molto raro che più righe di emissione dello stesso elemento siano affette da interferenze; pertanto, quando più righe di emissione forniscono lo stesso risultato, è sufficiente scartare i valori anomali e scegliere il risultato tra le righe rimanenti caratterizzate dalle migliori prestazioni analitiche.

La domanda da porsi è come può un analista individuare la sovrapposizione spettrale in un set di dati ampio e complesso?

"I sistemi ICP-OES Agilent 5800 e 5900 usano funzioni di analitica dei dati, programmate nel software ICP Expert, per identificare le interferenze spettrali come farebbe un analista esperto."

I sistemi ICP-OES Agilent 5800 e 5900 sono dotati di una funzione denominata IntelliQuant che acquisisce tutte le righe di emissione di un campione sull'intero intervallo di lunghezze d'onda. Questa funzione usa strumenti di analitica dei dati per identificare le interferenze spettrali come farebbe un analista esperto.

Quando impiega più lunghezze d'onda per un elemento, l'analista può impostare una soglia RSD%. Se una lunghezza d'onda supera la soglia, l'analista riceve un avviso. A questo punto, può avvalersi della classificazione a stelle di IntelliQuant per determinare se la lunghezza d'onda in questione è soggetta a interferenza.

IntelliQuant classifica automaticamente le prestazioni di ogni riga di emissione tenendo conto della prossimità e intensità del segnale di interferenza rispetto al segnale dell'analita, cosicché l'analista può scegliere più facilmente il risultato più accurato da refertare.

Nel caso dei metodi regolamentati o validati, se un analista è consapevole della presenza di interferenze spettrali può preparare soluzioni e sviluppare fattori di correzione inter elementare (IEC) per compensare le interferenze. In alternativa, è possibile elaborare modelli di deconvoluzione spettrale per rimuovere il contributo dell'elemento interferente.



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	5965.1
			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 assegna una classificazione a stelle al risultato di ogni lunghezza d'onda. A questo punto è facile scegliere la lunghezza d'onda migliore da usare nei report o per perfezionare un metodo. In questo caso, considerato che la riga dell'As a 193,696 nm è soggetta a interferenza da Al, IntelliQuant ha determinato che la riga migliore è quella a 188,980 nm.

D:

E per quanto riguarda i problemi di calibrazione? Quali sono i problemi più frequenti nei laboratori?

R:

I problemi di calibrazione sono una causa frequente degli errori analitici. Spesso vediamo come gli analisti si sforzino per capire quali siano le cause degli errori nei risultati, per poi rendersi conto che si trattava semplicemente di un errore di preparazione degli standard. Potrebbe trattarsi di una pipetta non calibrata o della scelta accidentale di una soluzione stock sbagliata.

Il fattore cruciale per ridurre gli errori di calibrazione è eliminare gli errori umani. La parola chiave è automazione: gli standard di calibrazione si possono preparare con i diluitori automatici. Gli standard multi-elemento si possono acquistare, anziché preparare. I processi si possono riesaminare, con l'obiettivo di renderli a prova di errori. A questo scopo, si rivela utile l'approccio giapponese *poka-yoke*³. Documentare la versione finale del processo e addestrare gli analisti al suo uso.

Gli enti normativi come l'US EPA promuovono le buone prassi analitiche; i loro metodi prevedono controlli di qualità (QC) integrati che aiutano a rilevare gli errori di calibrazione.

Per esempio, i metodi US EPA includono sia un test di verifica della calibrazione iniziale (ICV) sia un test di verifica di calibrazione continua (CCV) utilizzati per garantire la validità della calibrazione. Gli strumenti moderni agevolano la configurazione di metodi che integrano questo genere di test. Impiegando queste misure di controllo della qualità con i metodi non regolamentati è possibile assicurare la qualità della calibrazione.

Una semplice misura della qualità della calibrazione è il coefficiente di correlazione, noto anche come valore R. R misura la linearità della calibrazione. In genere viene calcolato dal software dello strumento e riportato nella curva di calibrazione. Un indice più significativo della qualità della calibrazione è l'errore standard relativo percentuale (RSE%). I grandi laboratori in conto terzi in genere impongono un limite a questo valore in modo da orientare gli analisti in merito all'adeguatezza o meno di una calibrazione. Nel software dei nuovi strumenti ICP-OES Agilent 5800 e 5900 è possibile impostare soglie di allarme.

Anche le pubblicazioni in tema di spettroscopia destinate ai laboratori sono fonti di informazioni utili in quanto permettono di restare al passo con la strumentazione e le tecniche che possono aiutare a eliminare gli errori di calibrazione. Valide informazioni sono reperibili anche nei metodi ufficiali di analisi AOAC e nei metodi ASTM.

Un suggerimento efficace per l'analisi ICP-OES è quello di usare una lunghezza d'onda meno sensibile per un elemento in modo da ampliare l'intervallo lineare della curva di calibrazione. Si ottiene lo stesso risultato anche scegliendo la visione radiale (laterale) di un sistema ICP-OES dual view. Gli strumenti Agilent consigliano automaticamente la lunghezza d'onda migliore in base al contenuto del campione (determinato tramite la funzione IntelliQuant). Questo approccio aiuta a prevenire gli sprechi di tempo dovuti alla ripetizione delle misure per i risultati fuori scala.



Gli standard multi-elemento riducono la possibilità di errori durante la preparazione delle soluzioni standard. Un'ampia scelta di standard multi-elemento Agilent è disponibile all'indirizzo: www.agilent.com/en/product/chemical-standards

D:

Al giorno d'oggi, la contaminazione è ancora un problema per i laboratori?

R:

Sì, la contaminazione continua ad essere un problema per l'analisi elementare. Naturalmente il problema si fa sentire in misura maggiore nel caso delle tecniche ad alta sensibilità come l'ICP-MS, ma riguarda anche l'ICP-OES e può avere diverse origini.

Pratiche di laboratorio inadeguate possono dar luogo a problemi di contaminazione, in particolare se l'analisi del campione mira alla determinazione di analiti a livello di tracce. Per esempio, nel caso di una digestione a microonde con acidi in un vessel, se il vessel non era stato pulito a sufficienza dopo l'ultimo campione, l'effetto memoria contaminerà il campione successivo da analizzare.

Per rilevare la contaminazione provocata da una pulizia inadeguata è possibile includere un bianco di preparazione tra i campioni. Un bianco di preparazione è una soluzione di bianco che è stata sottoposta alla stessa procedura di preparazione del campione effettuata per i campioni di interesse. Impostando una soglia QC per il bianco di preparazione, l'eventuale contaminazione verrà rilevata durante l'analisi del bianco.

"Se in un lotto è presente un campione a matrice inaspettatamente elevata, quest'ultimo può contaminare il campione successivo a causa dell'effetto memoria da elementi ad alto assorbimento o "aderenti" come il boro, il molibdeno o il tungsteno."

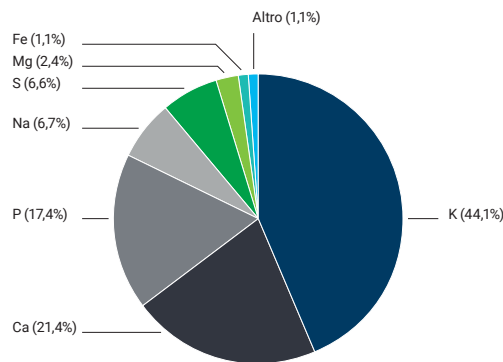
La contaminazione può derivare anche dall'ultimo campione analizzato. Se in un lotto è presente un campione a matrice inaspettatamente elevata, quest'ultimo può contaminare il campione successivo, in particolare a causa dell'effetto memoria da elementi ad alto assorbimento o "aderenti" come il boro, il molibdeno o il tungsteno. Questi elementi aderiscono ai componenti del sistema di introduzione del campione. Fenomeni di questo tipo generano risultati errati per i campioni analizzati in seguito.

Gli strumenti ICP-OES offrono varie soluzioni per far fronte ai problemi di contaminazione tra campioni successivi. Alcuni sono dotati di funzioni di lavaggio automatizzato che monitorano il segnale durante il ciclo di lavaggio. Negli strumenti ICP-OES Agilent 5800 e 5900 è integrata una funzione Intelligent Rinse che pompa automaticamente soluzione di lavaggio finché il segnale non scende al di sotto di una soglia preimpostata.

Anche l'uso di stazioni di lavaggio doppio aiuta a risolvere i problemi di contaminazione da elementi aderenti. La prima soluzione di lavaggio è un acido forte o un agente complessante che rimuove gli elementi aderenti dal sistema di introduzione del campione. La seconda dovrebbe avere la stessa matrice degli elementi da analizzare. Anche le valvole di commutazione possono essere utili riducendo al minimo l'esposizione del sistema di introduzione del campione alla matrice del campione.

Se si ha a che fare con un campione completamente incognito, vale la pena effettuare una scansione rapida per verificare quali elementi sono presenti nel campione e in quali concentrazioni.

La funzione IntelliQuant Screening degli strumenti Agilent 5800 e 5900 è in grado di determinare rapidamente in quali quantità sono presenti nel campione oltre 70 elementi. L'operazione può richiedere soltanto 15 secondi per campione e può consentire di individuare la presenza di elementi incompatibili nel campione. Una volta in possesso di queste informazioni, è possibile modificare il metodo per tener conto dell'incompatibilità. In questo modo si evita di sprecare ore e ore di tempo altrimenti dedicate alla preparazione dei campioni e alla ripetizione delle misure.



La funzione IntelliQuant Screening degli strumenti ICP-OES Agilent può determinare la concentrazione relativa degli elementi in un campione in soli 5 secondi.

D:

Tra le cause degli errori hai citato gli sbagli commessi in fase di preparazione del campione. Che cosa si può fare a questo proposito?

R:

I materiali di riferimento certificato (CRM) disponibili in commercio sono un'ottima scelta per mettere in luce problemi di preparazione del campione (e addirittura gli scambi accidentali di campioni). Esistono molti fornitori e un'ampia tipologia di matrici. In genere è possibile trovarne uno simile alla matrice dei campioni di interesse. Per esempio, un materiale di riferimento per foglie di pomodoro può essere impiegato per varie altre piante proprio in considerazione delle analogie tra le matrici.

Il materiale di riferimento andrebbe sottoposto alla stessa procedura di preparazione impiegata per i campioni. Se i risultati ottenuti corrispondono ai risultati certificati per ciascun elemento, ciò è indice della bontà della procedura di preparazione del campione e garanzia dell'accuratezza dei risultati futuri.



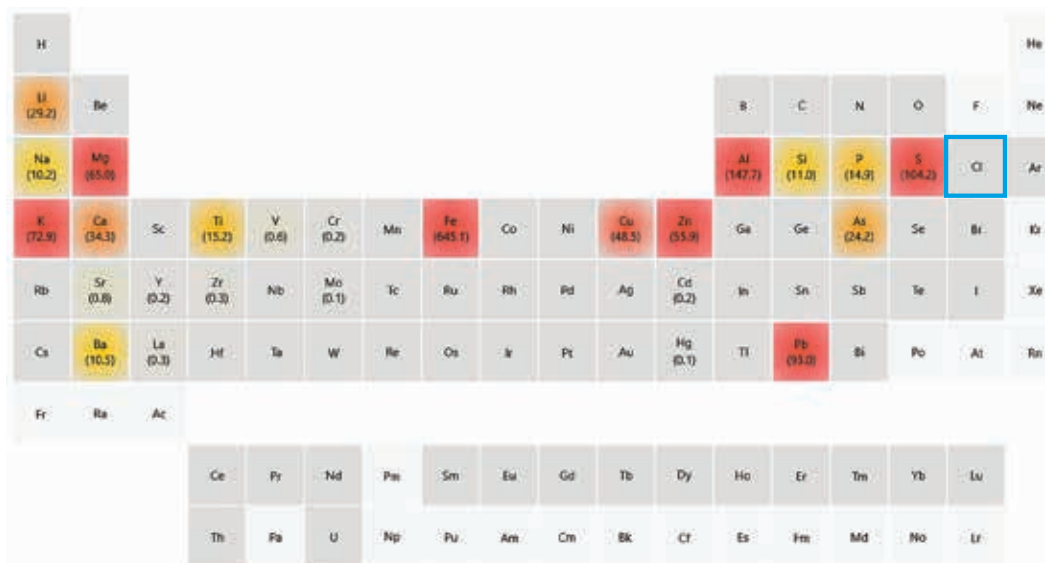
Un secondo vantaggio dell'uso di un materiale di riferimento certificato consiste nel verificare la validità della calibrazione. Se i risultati ottenuti per il CRM sono corretti, la calibrazione è affidabile.

Una delle cause primarie della necessità di ripetere le misure sui campioni sono gli errori durante la fase di digestione con gli acidi. Può accadere che qualcuno dimentichi di aggiungere uno degli acidi o aggiunga l'acido sbagliato. Si tratta di un errore che tecnici operanti di lavoro possono commettere con una certa frequenza.

“Una delle cause più comuni della necessità di ripetere le misure sono gli errori in fase di digestione del campione. È facile che un analista molto occupato scordi di aggiungere l'acido o aggiunga l'acido sbagliato. Esiste un modo semplice di individuare un errore del genere, prima di dover rimisurare molti campioni.”

Un ottimo accorgimento per trovare errori di questo tipo consiste nel monitorare gli elementi che devono essere presenti se la procedura di preparazione del campione è stata eseguita correttamente. Per esempio, se doveva essere aggiunto acido cloridrico, si può monitorare il contenuto di cloro dei campioni. Analogamente, si può monitorare il fosforo per l'acido fosforico e l'azoto per l'acido nitrico. Se tali elementi non compaiono tra i risultati, o se i loro livelli non sono sufficientemente alti, si può essere certi che qualcuno ha dimenticato di aggiungere l'acido durante la procedura di digestione.

Anche in questo caso, IntelliQuant è molto utile per individuare gli errori di preparazione del campione. Questa funzione è in grado di misurare la concentrazione di circa 70 elementi in un campione. Dando un rapido sguardo alla tavola periodica con codici colore generata per ciascun campione è possibile verificare la presenza o meno degli elementi apportati dagli acidi durante la digestione. Eseguendo questa operazione in maniera routinaria per una soluzione di bianco di preparazione a inizio analisi si dispone di un sistema di avviso preventivo. In assenza di cloro o zolfo o di un qualsiasi altro elemento derivante dall'acido impiegato per la digestione, è possibile interrompere l'analisi prima di acquisire campioni preparati erroneamente.



Attenzione! Qualcuno si è dimenticato di aggiungere al campione l'HCl per la digestione. La funzione IntelliQuant determina la presenza di un massimo di 70 elementi in un campione, visualizzandone le concentrazioni relative tramite una mappa calore. Gli elementi ombreggiati in rosso sono presenti ad alta concentrazione, gli elementi in arancione a concentrazione media e quelli in giallo a basse concentrazioni. Gli elementi senza ombreggiatura non sono presenti a livelli rilevabili nel campione. In questo caso, il Cl è assente, a indicare che non è stato impiegato HCl durante la preparazione del campione.

La funzione IntelliQuant permette anche di risolvere problemi correlati alla natura chimica del campione. Ad esempio, piombo e bario possono precipitare se un campione contiene livelli elevati di zolfo. Lo zolfo viene spesso introdotto sotto forma di acido solforico per digerire il campione. Il precipitato si deposita sul fondo del contenitore e non viene aspirato nel plasma. Di conseguenza si ottengono risultati bassi per questi due elementi. Se si ottengono bassi recuperi per il piombo e il bario dai campioni CRM, è possibile usare la funzione IntelliQuant per risolvere i problemi. Se la funzione rileva alti livelli di zolfo e bassi livelli di piombo e bario, ecco svelata la causa del problema.

I fornitori di materiali standard di riferimento possiedono un'ingente mole di informazioni sulle incompatibilità chimiche, informazioni alle quali è possibile ricorrere nel corso dello sviluppo di metodi o della risoluzione dei problemi che affliggono i risultati.



Periodic Table Details Graph(Pie) Graph(Bar)

Ba and Pb 1 ppm H2SO4 1%

H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S (+1000)	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	Mu	Tu	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba (0.8)	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb (0.7)	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Livelli elevati di zolfo fanno precipitare il solfato di bario e il solfato di piombo, cosicché i risultati ottenuti per Ba e Pb sono errati per difetto.

D:

Che dire degli scambi accidentali di campioni? Come si possono prevenire?

R:

La causa più comune di questi errori è lo scambio di campioni quando li si colloca in un rack per autocampionatore. Anche scambiare i rack quando li si carica nell'autocampionatore può rappresentare un problema.

Per ridurre al minimo gli scambi di campione, può essere utile ricorrere a un sistema con codici a barre. Applicando un codice a barre alla provetta di un campione sin dall'inizio della preparazione del campione e utilizzando quindi la stessa provetta per il resto della procedura fino all'analisi, è possibile ridurre al minimo gli scambi accidentali di campioni. Il software Agilent ICP Expert è compatibile con i lettori di codici a barre e aiuta quindi a ridurre gli scambi accidentali di campioni che possono provocare la ripetizione delle misure. Anche usare soluzioni QC e campioni in duplicato può essere di ausilio all'analisi.

Alcuni laboratori hanno iniziato a effettuare la digestione del campione nella stessa provetta che poi caricano nell'autocampionatore. Utilizzano un dispositivo di digestione a microonde o un sistema di digestione con piastra riscaldante, trasferendo direttamente nei rack per autocampionatore la provetta in cui è stato digerito il campione. Questo accorgimento elimina il passaggio del trasferimento del campione, riducendo la probabilità di errori di scambio accidentale. Se alla provetta di digestione è apposto un codice a barre, è possibile trasferirla direttamente al rack per autocampionatore e aggiungere automaticamente il campione al lotto.



D:

Tradizionalmente, i campioni a matrice elevata sono difficili da analizzare con la maggior parte delle tecniche di spettroscopia atomica. Quali sono le innovazioni che hanno reso più semplice l'analisi di questi campioni?

R:

Gli analisti spesso devono sottoporre a digestione una grande quantità di campione per ottenere buoni recuperi per gli elementi a livello di tracce. Il mercurio in tracce in campioni alimentari o l'oro in tracce in campioni di minerali sono esempi ben rappresentativi di questi casi. Questo approccio può avere come risultato un tenore di solidi disciolti totali nel campione superiore al 20%. Questi solidi possono avere effetti deleteri sul sistema di introduzione del campione e sulla torcia di uno strumento ICP-OES in quanto si accumulano e provocano ostruzioni.

La novità più significativa nella strumentazione ICP-OES che agevola l'analisi dei campioni a matrice elevata è la torcia verticale. Una torcia orizzontale risente rapidamente dell'accumulo di sali quando si aspirano campioni a matrice elevata. Le torce verticali sono molto più resistenti nei confronti di questo problema.

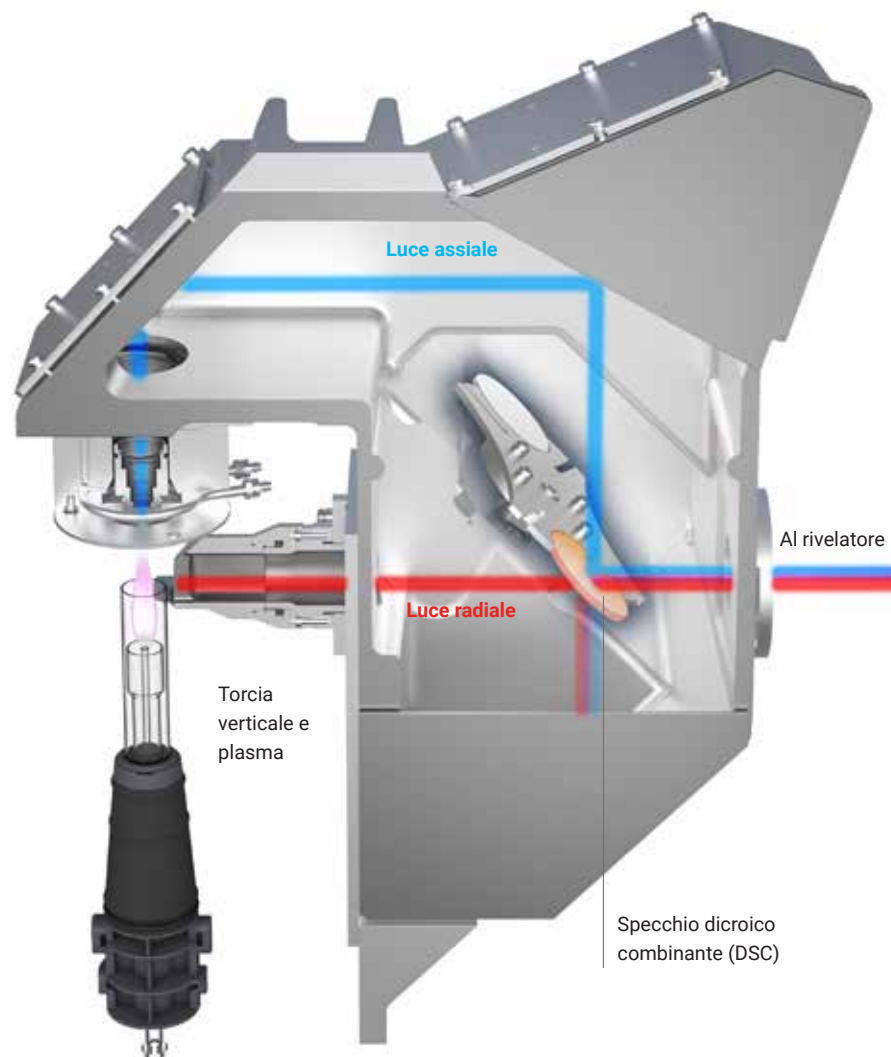
Attualmente, la maggior parte degli strumenti ICP-OES è di tipo dual view. A seconda dell'elemento cercato, è possibile scegliere la visione assiale o radiale della torcia. La visione assiale cattura la luce mediante l'osservazione nella direzione della lunghezza del plasma. La visione radiale cattura la luce lateralmente rispetto al plasma. La visione radiale è la scelta migliore per gli elementi che emettono molta luce o che sono probabilmente presenti in alta concentrazione. Al contrario, la visione assiale cattura la più alta quantità di luce dagli elementi con scarsa emissione o da quelli a livello di tracce. Il problema è che alternare tra loro le visioni nel corso di un'analisi può significare ulteriori perdite di tempo. Noi di Agilent abbiamo risolto il problema grazie a un sofisticato design ottico, implementato per la prima volta nel modello 5100 e ora disponibile anche con lo strumento 5900.



“La novità più significativa nella strumentazione ICP-OES che agevola l'analisi dei campioni a matrice elevata è la torcia verticale, con l'opzione di visione radiale o assiale. Una torcia orizzontale risente rapidamente dell'accumulo di sali quando si aspirano campioni a matrice elevata. Le torce verticali sono molto più resistenti nei confronti di questo problema.”

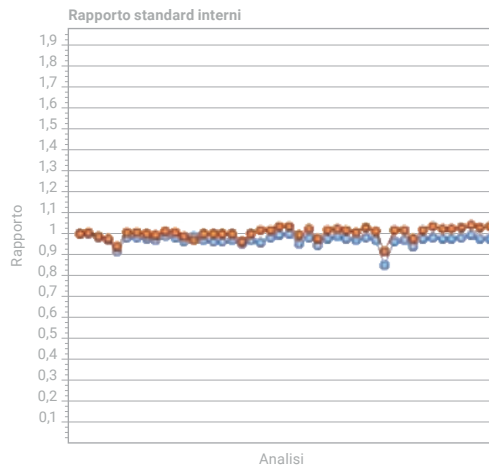
Abbiamo inventato uno speciale componente ottico denominato specchio dicroico combinante. Incluso nello strumento 5110, ora è in dotazione standard nel modello 5900. Questo componente è in grado di catturare simultaneamente la luce sia della visione assiale sia della visione radiale della torcia (vedere la figura a lato). Al momento dell'impostazione dell'analisi, lo strumento seleziona automaticamente la visione del plasma da usare per ciascun elemento selezionato dall'utilizzatore. Si immagini, per esempio, di dover analizzare elementi abbondanti come sodio e potassio, così come livelli di tracce di magnesio e boro. Si tratta di una situazione che si incontra spesso nel caso dei campioni agricoli. Lo strumento 5900 seleziona automaticamente la visione radiale per la misura di sodio e potassio e la visione assiale per gli elementi in tracce.

In questi casi, si rivela utile anche la funzione IntelliQuant Screening di Agilent. È possibile utilizzarla per lo screening rapido dei campioni in modo da verificare quali elementi sono presenti nel campione e in quali proporzioni. È possibile quindi regolare il metodo, o diluire il campione, per evitare problemi quali la presenza di campioni in concentrazione più elevata rispetto all'intervallo di calibrazione.



Lo strumento ICP-OES Agilent 5900 include uno speciale componente ottico, lo specchio dicroico combinante (DSC), mostrato in arancione nel diagramma. Questo componente consente di misurare simultaneamente le emissioni sia dalla visione assiale sia da quella radiale del plasma. Questo approccio si traduce in un enorme risparmio di tempo rispetto alla misura separata delle due visioni.

“Se dimentichi di rabboccare il flacone dello standard interno, il monitoraggio dello standard interno te lo farà notare.”



Il monitoraggio in tempo reale di tutti gli standard interni tramite un display grafico permette una comprensione immediata dei fenomeni che avvengono nel campione. In questo esempio è visibile il monitoraggio di 2 standard interni (linea rossa = Sc, linea blu = Y) durante un'analisi; la caduta della linea di tendenza a un valore del rapporto inferiore a 1 indica la possibile soppressione del segnale. Ciò segnala all'operatore che lo specifico campione richiederà la correzione con standard interno.

Spesso con i campioni a matrice elevata si usano standard interni, in particolare se gli standard di calibrazione non sono abbinati alla matrice dei campioni. Monitorando i risultati degli standard interni, il software corregge automaticamente i risultati dei campioni tenendo conto dell'eventuale soppressione del segnale causata dalla matrice elevata.

Gli strumenti Agilent 5800 e 5900 possiedono una funzione che monitora e visualizza la tendenza nell'emissione dello standard interno per l'intera durata di un'analisi. Se si nota un calo nell'emissione dello standard interno, ciò significa che il segnale è soppresso

dai campioni a matrice elevata. È possibile scegliere di fare affidamento sulla correzione automatica con standard interno oppure diluire il campione per ridurre la soppressione.

Il monitoraggio dello standard interno è un'ottima soluzione anche per gli analisti occupati a districarsi contemporaneamente tra varie funzioni. Lavorando in un ambiente impegnativo e stressante ci si può facilmente scordare dei compiti meno complicati. È ragionevole che si possa dimenticare di rabboccare il flacone dello standard interno. Se lo standard interno si esaurisce, il monitoraggio dello standard interno registra un calo.

Un'altra funzione introdotta da Agilent è la formattazione condizionale dei risultati anomali, nota come Outlier Conditional Formatting (OCF), che permette di impostare un valore soglia per i risultati dello standard interno e di contrassegnare immediatamente quelli che non rientrano nella soglia.

I campioni a matrice elevata possono causare il deposito di particelle cristalline sui componenti del sistema di introduzione del campione. I cristalli danno gradualmente luogo a ostruzioni e a una minor intensità del segnale analitico. L'ostruzione del nebulizzatore può provocare errori del sistema ICP-OES e, di conseguenza, la necessità di ripetere la misura sul campione. La funzione "Neb Alert" degli strumenti Agilent 5800 e 5900 utilizza sensori intelligenti che monitorano la pressione dell'argon nel nebulizzatore. In presenza di un'ostruzione del nebulizzatore, l'analista riceve un avviso. Anche una perdita dalla linea del gas del nebulizzatore comporta l'emissione di un avviso.



Altre soluzioni intelligenti integrate negli strumenti Agilent 5800 e 5900 riguardano una nuova funzione, denominata avviso di manutenzione preventiva (EMF), che permette di impostare avvisi in base alle metriche di utilizzo dello strumento.

Si possono impostare avvisi per ricordare all'analista di:

- pulire la torcia, la camera di nebulizzazione, il nebulizzatore
- sostituire i tubi della pompa
- pulire/sostituire la finestra pre-ottica
- pulire la valvola di commutazione
- effettuare una calibrazione delle lunghezze d'onda

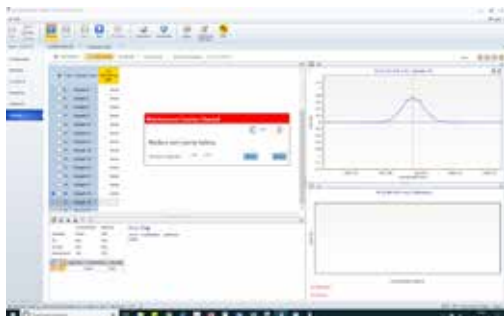
Si tratta di avvisi basati sull'utilizzo, anziché su intervalli prestabiliti, il che permette di ottimizzare il programma di manutenzione.

D:

Che altri tipi di monitoraggio integrato offrono gli strumenti moderni per far risparmiare tempo in laboratorio?

R:

La maggior parte dei laboratori esegue le attività di pulizia e manutenzione degli strumenti in base a un programma per ridurre l'incidenza degli errori di QC. Nel caso dei laboratori con un carico di lavoro variabile, tuttavia, ciò potrebbe voler dire procedere alla pulizia dopo aver analizzato solo 100 campioni in una settimana. Per un laboratorio con alti volumi di analisi, invece, potrebbe voler dire procedere alla pulizia dopo aver misurato ben 5.000 campioni in una settimana. È molto meglio programmare la manutenzione in base all'utilizzo, come avviene con la revisione dell'automobile.



Gli strumenti ICP-OES 5800 e 5900 possiedono una funzionalità di monitoraggio intelligente dello stato dello strumento. Il sistema richiede all'utilizzatore di eseguire le attività di manutenzione in base al numero di campioni impostato come soglia.



D:

Un altro problema di vecchia data è quello dei campioni che non rientrano nell'intervallo di calibrazione. Esiste qualche novità che possa essere di aiuto a tale proposito?

R:

In genere un analista che si trova a che fare con un campione fuori scala deve diluirlo e ripetere l'analisi. Se si acquisiscono molti campioni incogniti o atipici, diluizione e ripetizione delle analisi potrebbero far sprecare molto tempo.

I moderni strumenti ICP-OES in genere permettono di selezionare più righe di emissione per gli elementi oggetto della misura e, come ho ricordato in precedenza, si tratta di una buona prassi per qualsiasi metodo. Se la riga di emissione di interesse è satura, si può passare a una linea meno sensibile per l'analita in questione. Si evita così la necessità di diluire il campione. Si dovrà acquisire uno standard più alto, per controllare la linearità, ma si risparmia tempo non dovendo diluire e acquisire di nuovo il campione.

Una volta ancora, la funzione IntelliQuant dimostra tutto il suo valore. Utilizzando IntelliQuant Screening per ottenere un'anteprima sui campioni, è possibile determinare rapidamente se determinati elementi sono presenti in concentrazioni elevate. A questo punto si può scegliere di diluire il campione prima dell'acquisizione oppure optare per una riga meno sensibile per lo specifico elemento. IntelliQuant consiglia la lunghezza d'onda da usare in base a ciò che rileva nel campione.

Esistono diluitori automatici come l'ESI prepFAST che diluiscono automaticamente un campione fuori scala. Se lo strumento contrassegna un campione come fuori scala, prepFAST lo include automaticamente alla fine dell'analisi, dopo averlo diluito in misura opportuna per riportarlo all'interno dell'intervallo di calibrazione. Se è stata usata la funzione IntelliQuant per la stima della concentrazione degli elementi in un campione, è possibile impostare un livello di diluizione predeterminato. Se ci si trova spesso a diluire e rimisurare i campioni, ricorrere a questi sistemi è un investimento che si ripaga da sé in breve tempo.



“Se la riga di emissione di interesse è satura, si può passare a una linea meno sensibile per l'analita in questione ed evitare la necessità di diluire.”

Quale sistema ICP-OES è più in linea con le tue esigenze?



ICP-OES Agilent 5800

Il modello 5800 possiede un ecosistema di sensori integrati e potenti processori, con algoritmi intelligenti e funzioni di diagnostica, che individuano i problemi che potrebbero ripercuotersi sui risultati, anticipano attivamente gli interventi di manutenzione e automatizzano la risoluzione dei problemi. Lavorando dietro le quinte, il sistema 5800 pensa come un esperto ed è capace di proporre consigli e risolvere problemi prima ancora che si manifestino. Questa funzionalità intelligente riduce il numero di campioni per i quali è necessario ripetere le misure e garantisce una maggior affidabilità dei risultati.

Maggiori informazioni: www.agilent.com/chem/5800icpoes

ICP-OES Agilent 5900

Il modello 5900 include le funzioni intelligenti del modello 5800, abbinata però al tempo di misura più rapido di qualsiasi altro sistema ICP-OES, permettendo quindi di aumentare i ricavi. La rapidità delle misure sui campioni si traduce nel più basso consumo di argon, migliorando quindi la redditività del laboratorio, e in risultati che puoi condividere senza timore con i tuoi clienti.

Maggiori informazioni: www.agilent.com/chem/5900icpoes

Maggiori informazioni:

www.agilent.com/chem/

Acquista online:

www.agilent.com/chem/store

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

community.agilent.com

Italia

numero verde 800 012 575

customercare_italy@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia Pacifico

inquiry_lsca@agilent.com

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.