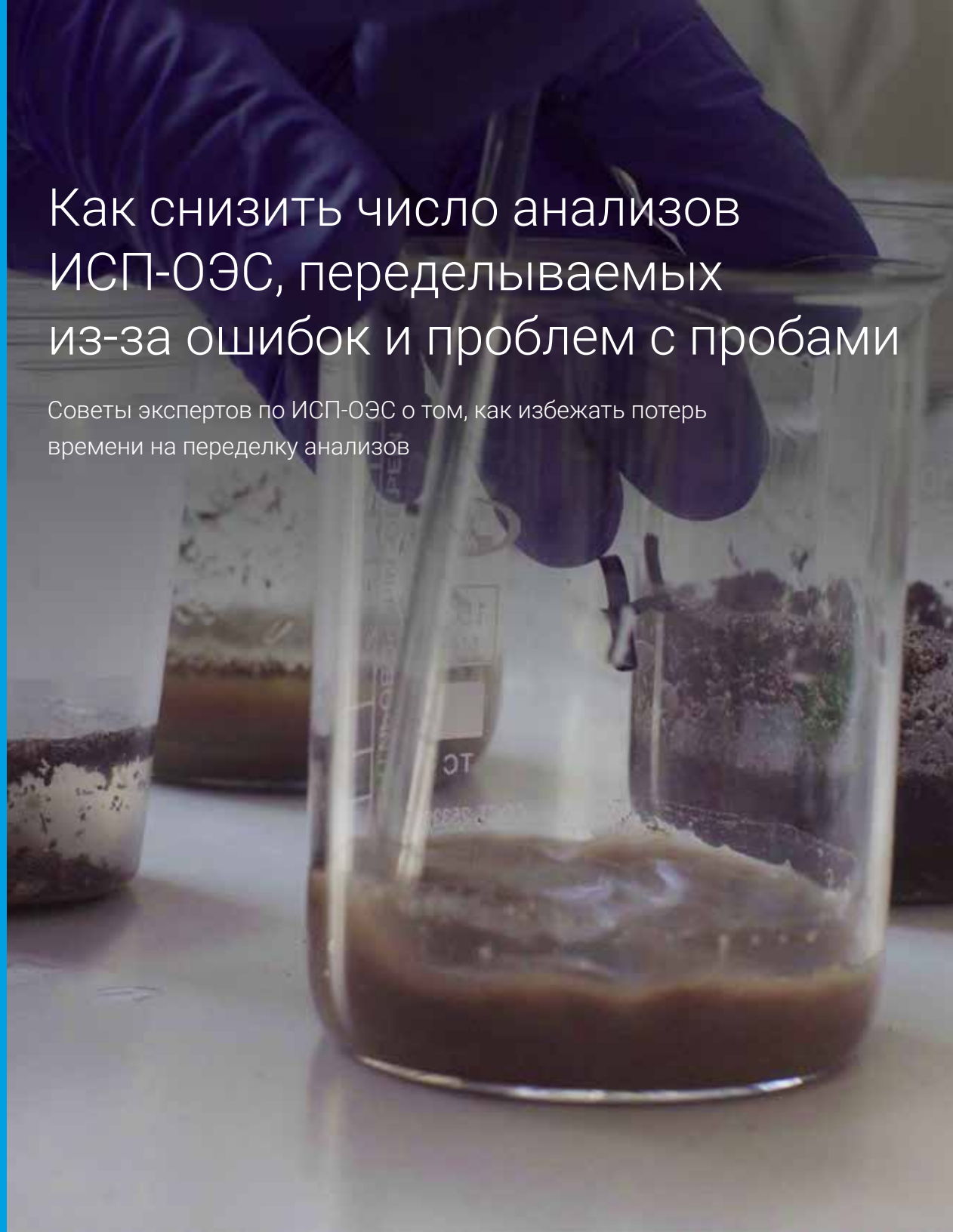


Как снизить число анализов ИСП-ОЭС, переделываемых из-за ошибок и проблем с пробами

Советы экспертов по ИСП-ОЭС о том, как избежать потерь времени на переделку анализов



Оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно - связанной плазмой (ИСП-ОЭС) — это признанный метод элементного анализа растворов. ИСП-ОЭС часто применяется в горно добывающей, пищевой, сельскохозяйственной, энергетической, химической и фармацевтической промышленности, а также для мониторинга окружающей среды. Этот метод позволяет с высокой точностью и чувствительностью измерить концентрацию отдельных химических элементов в широком спектре проб различных типов. ИСП-ОЭС помогает быстро и надежно исследовать различные пробы — от шламов и осадков до питьевой воды и вин.

ИСП-ОЭС — это только один из ряда методов атомной спектроскопии, решения для которых предлагает компания Agilent. Корни атомной спектроскопии лежат в спектроскопии пламенной атомной абсорбции, предложенной в пятидесятых годах прошлого столетия и до сих пор широко используемой во многих лабораториях. На другом конце спектра методов атомной спектроскопии лежит масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС). Этот метод анализа известен своей высокой чувствительностью и способностью обнаруживать элементы в концентрации на уровне миллиардных долей.

Все методы атомной спектроскопии основаны на законе Бугера — Ламберта — Бера, и в большинстве из них невозможно добиться точных и воспроизводимых результатов без определенного уровня знаний и опыта. Развитие оборудования для атомной спектроскопии позволяет снизить требования к знаниям операторов.

Современные автомобили развиваются похожим путем. Такие функции, как антиблокировочная тормозная система, технологии помощи водителю и различные системы, следящие за состоянием автомобиля, позволили снизить уровень знаний и навыков, необходимых водителю. Большинство людей уже не возия в багажнике набор инструментов, которые были нужны для ремонта автомобиля на обочине в XX веке. Так же и спектрометры ИСП-ОЭС предлагают набор интеллектуальных функций, которые помогают химику-аналитику обнаружить и устранить проблему. Благодаря им химик может принять меры, позволяющие избежать повторного выполнения анализа.

Проблемы в ИСП-ОЭС можно разделить на три части:

1. Проблемы, связанные с параметрами пробы.
2. Ошибки, допущенные в ходе приготовления и анализа пробы.
3. Проблемы, вызванные неполадками прибора.

В этой электронной книге мы обсудим с руководителем отдела продаж оборудования для ИСП-ОЭС Россом Эшдауном (Ross Ashdown) способы, которыми лаборатории могут бороться с проблемами ИСП-ОЭС, связанными с особенностями проб. Распространенные методы контроля качества и развитие оборудования для ИСП-ОЭС помогают химикам избежать повторных анализов и быть уверенными в том, что они сумеют получить правильный ответ с первого раза.

Вопрос:

С какими распространенными в лабораторной практике проблемами ИСП-ОЭС, связанными с особенностями проб, вам приходилось сталкиваться?

Ответ:

Многие проблемы являются общими для всех методов атомной спектроскопии. Это ошибки при приготовлении калибровочных стандартов, перепутанные пробы и пробы, в которых концентрация определяемых элементов выходит за верхний предел диапазона калибровки. Другая проблема — помехи. Для всех анализов ИСП-ОЭС особо выделяется проблема со спектральными помехами.



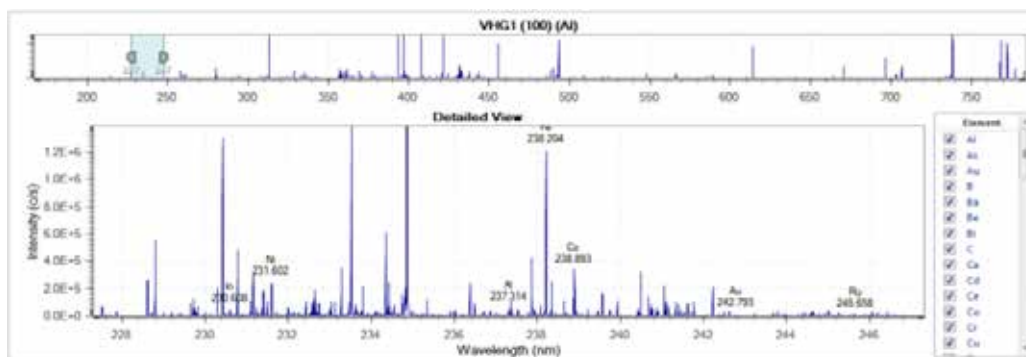
Вопрос:

Расскажите подробнее о спектральных помехах.

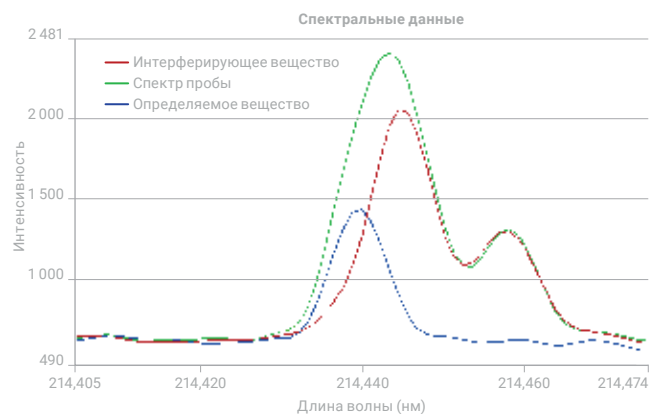
Ответ:

В видимом и ультрафиолетовом диапазонах длин волн присутствуют десятки тысяч эмиссионных линий различных химических элементов. Эти линии излучаются возбужденными атомами и ионами при их переходе в основное состояние. Иногда различные элементы, входящие в состав пробы, излучают на очень близких длинах волн.

Влияние элемента, о котором вы не знаете или концентрация которого очень высока, может привести к тому, что измеренная концентрация определяемого элемента будет ошибочно высокой. Диаграмма на рисунке рядом показывает, как это может произойти.



В видимом и ультрафиолетовом диапазонах длин волн (примерно от 160 до 800 нм) десятки тысяч эмиссионных линий различных химических элементов. На рисунке показаны только линии из диапазона шириной 25 нм — от 225 до 250 нм.



Эта диаграмма показывает, как возникает спектральная помеха. Эмиссионная линия определяемого элемента (голубая) находится очень близко к линии другого элемента (красной). Суммарный сигнал (зеленый) измеряется прибором как линия определяемого элемента. Это приводит к тому, что измеренная для него концентрация получается ошибочно высокой.

Анализ примеров из практики

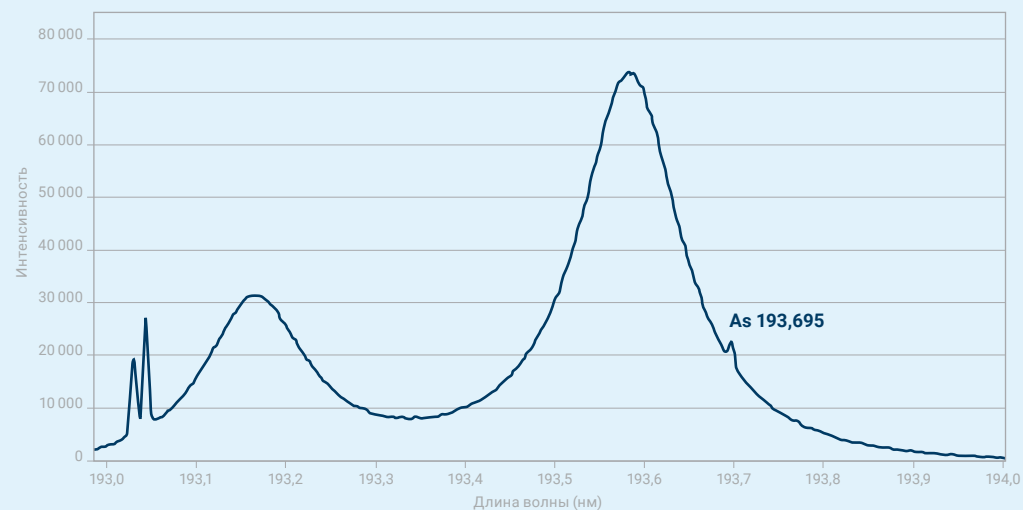
По оценке, приведенной в отчете отделения технических стандартов EPA ¹, в данных мониторинга окружающей среды, полученных с помощью ИСП-ОЭС, доля ложноположительных результатов для мышьяка может быть от 25 до 50%. Это явление до сих пор малоизвестно среди ученых, занимающихся изучением окружающей среды, и на него редко обращают внимание.

По утверждению специалистов отделения технических стандартов Американского агентства по охране окружающей среды, лаборатории, определяющие в образцах из окружающей среды таллий, выдают ложноположительные результаты почти в 100% случаев. Для мышьяка доля ложноположительных результатов колеблется от 25 до 50%.

Решения, принятые на основе данных, содержащих ложноположительные результаты, могут приводить к принятию дорогостоящих и ненужных мер.

Высокая вероятность получения искаженных результатов измерения концентрации мышьяка на ИСП-ОЭС возникает потому, что слабая эмиссионная линия (длина волны) мышьяка находится рядом с интенсивными эмиссионными линиями алюминия или даже накладывается на одну из них. Методика US EPA 6010 рекомендует использовать для анализа эмиссионную

линию мышьяка 193,696 нм. Однако на ее фоновый сигнал сильно влияет присутствие широкого перекрывающегося дублета «автоионизации», или диэлектрической рекомбинации алюминия. Этот повышенный фоновый сигнал приводит к ухудшению предела обнаружения мышьяка в пробах с высокой концентрацией алюминия. На рисунке ниже показано, как эмиссионная линия 193,696 нм для пробы с концентрацией мышьяка 2 мг/л едва различима на фоне сигнала от 5 000 мг/л алюминия.



1. Американское агентство по охране окружающей среды (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.

Вопрос:

Как преодолеть проблему спектральных помех и получить правильные результаты анализа пробы?

Ответ:

Если химик знает или хотя бы подозревает о наличии таких помех, первый и самый простой шаг — это измерить для каждого элемента несколько эмиссионных линий.

Использование альтернативных эмиссионных линий, не подверженных помехам, — это один из способов борьбы со спектральными помехами в сложных матрицах. Только в очень редких случаях несколько эмиссионных линий одного элемента одновременно подвержены помехам. Поэтому если вы получили одинаковые результаты для нескольких эмиссионных линий, отбросьте выбивающиеся результаты и выберите из оставшихся линий ту, которая обеспечивает лучшие аналитические характеристики.

Но как химику распознать перекрывание пиков в больших и сложных наборах данных?

«Алгоритмы анализа данных программы ICP Expert позволяют спектрометрам ИСП-ОЭС Agilent 5800 и Agilent 5900 делать то, что делает опытный химик-аналитик для того, чтобы распознать спектральные помехи».

Спектрометры ИСП-ОЭС Agilent 5800 и Agilent 5900 оснащены функцией IntelliQuant, которая измеряет все эмиссионные линии пробы во всем диапазоне длин волн. Затем с помощью алгоритмов анализа данных она делает то же, что делает опытный химик-аналитик для того, чтобы распознать спектральные помехи.

При использовании нескольких длин волн для одного элемента химик может задать пороговое значение относительного стандартного отклонения. Если для какой-либо длины волны значение ОСО превысит этот порог, система предупредит оператора. Затем химик может по количеству звездочек степени надежности, присвоенных длине волны функцией IntelliQuant, определить наличие спектральных помех для этой длины волны.

Функция IntelliQuant автоматически присваивает каждой линии степень надежности, зависящую от близости к ней и интенсивности мешающей линии. Это упрощает для химика выбор наиболее точного результата.

Если химику известно о наличии спектральных помех в нормативных или валидированных методиках, он может скомпенсировать их, приготовив корректирующие растворы и измерив для них коэффициенты поправки на межэлементное влияние (IEC). Другой способ борьбы с вкладом мешающего элемента — модели спектральной деконволюции.



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	59925.1
		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	5824.8
		278.822	?	75.87	884.1	12627.4
		175.800	***	276.80	112.1	1368.3
		180.664	***	147.58	112.8	1896.6

Функция IntelliQuant присваивает результатам для каждой длины волны степень надежности. По ней можно легко выбрать лучшую длину волны для включения в отчет или для модификации методики. В данном случае линия мышьяка 193,696 нм сильно страдает от помех со стороны алюминия, поэтому алгоритмы IntelliQuant присвоили наивысшую степень надежности линии 188,980 нм.

Вопрос:

Расскажите о проблемах калибровки. Что, по вашему опыту, в лабораториях чаще всего идет не так?

Ответ:

Проблемы калибровки — это распространенная причина ошибочных результатов анализа. Мне часто приходилось сталкиваться с химиками, которые долго не могли понять, что не так с их результатами, а затем обнаруживали, что причиной ошибки было что-то очень простое, такое как ошибка в ходе приготовления стандартов. Это может быть, например, не откалиброванная пипетка или взятый по ошибке неверный исходный раствор.

Исключение человеческой ошибки — это ключ к сокращению числа ошибок калибровки. Автоматизируйте все, что можно. Для приготовления калибровочных стандартов можно использовать автоматические разбавители. Многоэлементные стандарты можно купить, вместо того чтобы готовить их самостоятельно. Проверьте все свои процессы и постарайтесь сделать их устойчивыми к ошибкам. В этих целях хорошо зарекомендовал себя японский подход *защиты от дурака*³. Задокументируйте окончательную версию всех операций и обучите им всех сотрудников.

Регулирующие органы, такие как Американское агентство по охране окружающей среды, способствуют внедрению надлежащих практик работы в лаборатории. Их методики предусматривают встроенный контроль качества, который позволяет обнаруживать ошибки калибровки. Например, их методики включают в себя как начальную (ICV), так и периодическую (CCV) проверку пригодности калибровки. С их помощью контролируется пригодность калибровки. Современные приборы позволяют создавать методики, в которые встроены эти проверки. Эти меры можно использовать для контроля качества измерений и в неофициальных методиках для контроля качества калибровки.

Простой показатель качества калибровки — это коэффициент корреляции R. Коэффициент R — это показатель линейности калибровки. Он, как правило, рассчитывается управляющей программой прибора и указывается на калибровочной кривой. Лучший показатель качества калибровки — это относительная стандартная погрешность. Крупные лаборатории, выполняющие анализы по заказу, часто устанавливают предельное значение этого показателя, указывающее химику-аналитику на проблемы с калибровкой. ПО новых спектрометров ИСП-ОЭС Agilent 5800 и Agilent 5900 позволяет задать пороговое значение этого параметра для сообщения об ошибке калибровки.

Полезным источником информации являются лабораторные публикации на тему спектроскопии. Они позволяют

всегда оставаться в курсе новых функций оборудования и методов анализа, которые помогают избавиться от ошибок калибровки. Другими полезными источниками информации являются официальные методики анализа AOAC и методики ASTM.

Хорошим советом для анализов ИСП-ОЭС может быть использование менее чувствительной длины волны, чтобы расширить линейный диапазон калибровочной кривой. На спектрометрах ИСП-ОЭС с двойным обзором плазмы того же можно добиться с помощью радиального обзора. Функция IntelliQuant приборов Agilent автоматически рекомендует оптимальную длину волны в зависимости от состава пробы. Этот подход помогает избежать повторных измерений образцов из-за того, что результаты вышли за пределы измерения.



Многоэлементные стандарты снижают риск ошибки на этапе приготовления стандартного раствора. Компания Agilent предлагает широкий ассортимент многоэлементных стандартов на странице www.agilent.com/en/product/chemical-standards

Вопрос:

В наше время лаборатории до сих пор сталкиваются со случаями загрязнения рабочих растворов?

Ответ:

Да, в элементном анализе загрязнения до сих пор вызывают проблемы. Очевидно, что это больше проблема высокочувствительных методов, таких как ИСП-МС, однако с ней можно столкнуться и в ИСП-ОЭС. Загрязнения могут попадать в растворы из разных источников.

Проблемы с ними могут быть обусловлены, в частности, плохо организованной работой в лаборатории, особенно в случае поиска следовых количеств элементов. Например, вы разлагаете пробы кислотой в пробирках для микроволнового минерализатора. Плохо вымытая пробирка может привести к попаданию в пробу компонентов предыдущей пробы.

Загрязнения, вызванные плохо вымытой посудой, можно обнаружить, включив в серию холостую пробу пробоподготовки. Холостая проба пробоподготовки — это холостая проба, которая была приготовлена точно так же, как и анализируемые пробы. Установка порогового значения контроля качества для холостой пробы пробоподготовки позволяет в ходе ее анализа обнаружить все внесенные на этапе пробоподготовки загрязнения.

«Проба с неожиданно высоким содержанием матрицы в серии может вызвать загрязнение следующей пробы из-за переноса хорошо адсорбирующихся («липких») элементов, например бора, молибдена или вольфрама».

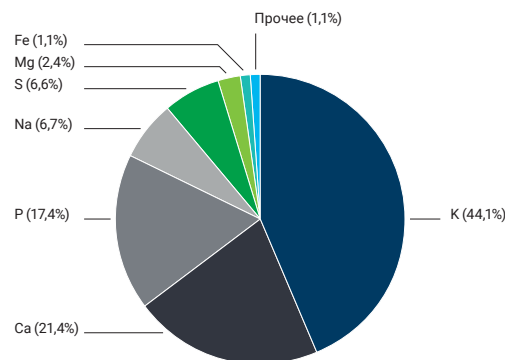
Загрязнения могут проявляться и из-за ранее проанализированных проб. Проба с неожиданно высоким содержанием матрицы в серии может вызвать загрязнение следующей пробы из-за переноса хорошо адсорбирующихся («липких») элементов, например бора, молибдена или вольфрама. Эти элементы прилипают к поверхностям системы ввода проб. Такие ситуации могут привести к погрешностям в результатах анализа следующих проб.

Спектрометры ИСП-ОЭС предлагают ряд способов предотвращения переноса загрязнений между пробами. Некоторые поддерживают функции автоматизированной промывки, которые следят за сигналом в ходе промывки. Спектрометры ИСП-ОЭС Agilent 5800 и Agilent 5900 поддерживают интеллектуальную функцию промывки, которая автоматически прокачивает промывочный раствор до тех пор, пока сигнал не упадет ниже заданного порога.

Двойная станция промывки также помогает предотвратить загрязнение адсорбированными элементами. Один из промывочных растворов в такой станции будет сильной кислотой или раствором комплексообразователя, который поможет удалить адсорбированные элементы с поверхностей системы ввода проб. Второй промывочный раствор должен иметь такую же матрицу, как анализируемые пробы. Кран-переключатель также может помочь снизить влияние матрицы пробы на систему ввода проб.

Если состав пробы полностью неизвестен, может иметь смысл выполнить быстрый анализ, чтобы узнать, какие элементы в ней содержатся, и их приблизительные концентрации.

Спектрометры Agilent 5800 и Agilent 5900 поддерживают функцию скрининга IntelliQuant Screening, которая позволяет быстро определить в растворе приблизительные концентрации более 70 элементов. Это занимает всего лишь 15 с на пробу и может обнаружить в пробе несовместимые элементы. Полученная информация позволяет скорректировать методику, чтобы учесть эту несовместимость. Это позволит сохранить несколько часов времени, потраченного на повторное измерение образцов.



Функция IntelliQuant Screen спектрометров ИСП-ОЭС Agilent может определить относительные концентрации элементов в пробе всего лишь за 5 с.

Вопрос:

Вы упоминали о том, что источником погрешности могут быть ошибки в ходе пробоподготовки. Как с ними можно бороться?

Ответ:

Лучше всего для выявления проблем с пробоподготовкой и перепутанными пробами подходят присутствующие на рынке государственные стандартные образцы (ГСО). Ими торгует множество компаний, и они поставляются с матрицами самых различных типов. Как правило, всегда можно подобрать ГСО с матрицей, близкой к матрице вашей пробы. Например, ГСО листьев томата можно использовать в качестве эталона при анализе различных растений, так как их матрицы будут схожими.

ГСО готовятся для анализа абсолютно так же, как и анализируемые пробы. Если полученные результаты соответствуют сертифицированным значениям для каждого элемента, то ваш процесс пробоподготовки хорошо организован и ваши результаты будут точными.



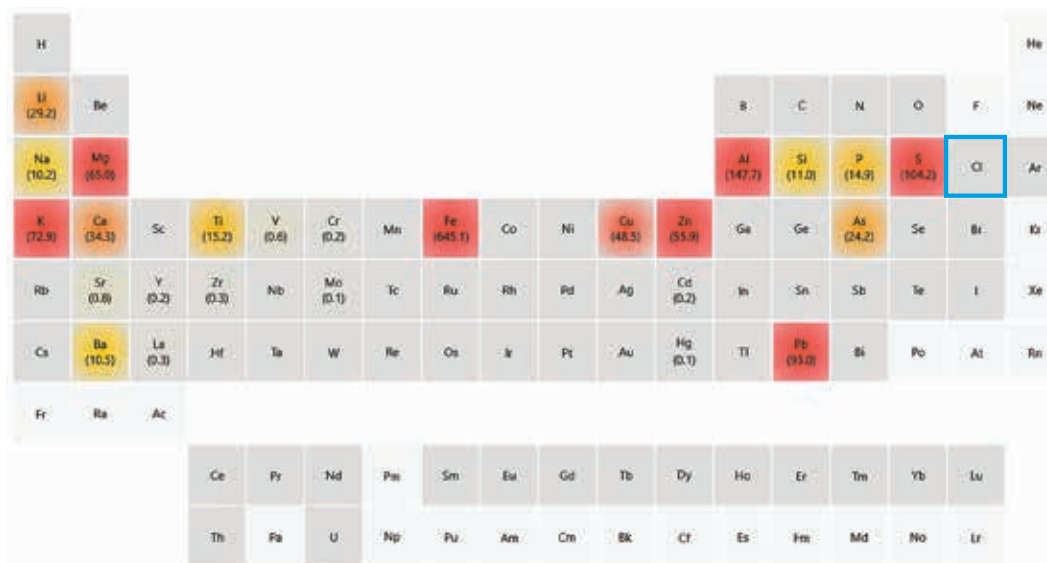
Дополнительное преимущество использования ГСО — это возможность проверить точность калибровки. Если вы получили точные результаты для ГСО, вы можете верить своей калибровке.

Одна из основных причин, заставляющих переделывать анализы, — это ошибки, допущенные в ходе кислотного разложения. Например, если лаборант забыл добавить одну из кислот или добавил не ту кислоту. Загруженные работой лаборанты нередко совершают подобные ошибки.

«Распространенная причина, заставляющая переделывать анализы, — это ошибки, допущенные в ходе разложения пробы. Загруженный работой лаборант нередко может забыть добавить нужную кислоту или добавить не ту кислоту, которая нужна. Такие ошибки легко обнаружить до того, как из-за них вам придется переделывать множество анализов».

Хорошим способом поиска таких ошибок может быть отслеживание элементов, которые должны попасть в пробу при соблюдении всех требований процесса пробоподготовки. Например, если для минерализации применяется соляная кислота, можно следить за содержанием хлора в пробах. Для фосфорной кислоты это фосфор, для азотной — азот. Если в ходе анализа эти элементы не были обнаружены или если их концентрация недостаточна, вы можете быть уверены в том, что кто-то забыл добавить соответствующую кислоту в ходе разложения.

И снова для поиска ошибок, допущенных в ходе пробоподготовки, полезна функция IntelliQuant. Она позволяет измерять в пробе концентрацию приблизительно 70 элементов. Вы можете быстро просмотреть раскрашенную в условные цвета таблицу, которую эта функция выдает для каждой пробы, и увидеть, присутствуют ли в ней элементы, которые должны были попасть в пробу с кислотами в ходе разложения. Если делать это каждый раз перед началом анализа очередной серии для холостой пробы пробоподготовки, это может быть неплохой системой раннего предупреждения. Если хлор, сера или любой другой элемент, который должен был попасть в пробу в ходе кислотного разложения, отсутствует, анализ всей серии можно отменить и не тратить время на пробы, приготовленные с ошибками.



Вот незадача! Кто-то забыл добавить при разложении соляную кислоту. Функция IntelliQuant определяет в пробе до 70 элементов и показывает их относительные концентрации на так называемой «тепловой карте». Элементы, выделенные красным, имеют высокие концентрации, оранжевым — средние, желтым — низкие. Не выделенные цветом элементы не присутствуют в пробе в детектируемых количествах. В данном случае Cl отсутствует, что указывает на то, что HCl не применялась во время пробоподготовки.

Функция IntelliQuant также может помочь в устранении проблем с химией пробы. Например, свинец и барий могут выпадать в осадок из растворов, полученных при минерализации проб с высоким содержанием серы. Сера также часто вносится в пробы в ходе разложения в виде серной кислоты. Осадок остается на дне емкости и не засасывается в плазму. Это приводит к аномально низким значениям концентрации для этих двух элементов. Если вы обнаружили слишком низкие степени извлечения для свинца и бария в ГСО, воспользуйтесь для устранения проблем функцией IntelliQuant. Если она показала наличие большого количества серы и низкие концентрации свинца и бария, вы обнаружили проблему.

Поставщики ГСО хорошо знают о несовместимости некоторых химических элементов. Полученной от них информацией можно воспользоваться при разработке методики или в ходе устранения проблем, приводящих к неверным результатам.



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 (0.0)	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		

Большое количество серы может привести к выпадению в осадок сульфатов бария и свинца, что приведет к ошибочно низким результатам определения этих элементов.

Вопрос:

А что насчет перепутанных проб?
Как можно предотвратить это?

Ответ:

Насчет перепутанных проб: чаще всего их путают, когда помещают в стойку автосамплера. Иногда также путают стойки, когда загружают их в автосамплер.

Снизить риск такой ошибки может система кодирования проб штрихкодами. Пометив пробирку с пробой штрихкодом в самом начале работы и не перенося пробу в другую пробирку на всем протяжении процесса пробоподготовки и анализа, вы можете свести к минимуму опасность перепутать пробы. Программа Agilent ICP Expert поддерживает штрихкод-ридеры. Это помогает не перепутать пробы, что могло бы привести к необходимости переделывать анализ. Добавление в серию проб растворов для контроля качества и дубликатов проб также может помочь.

Некоторые лаборатории начали разлагать пробы в той же пробирке, которую затем помещают в автосамплер. Они пользуются микроволновым минерализатором или сухими блочными нагревателями и перегружают пробирки с разложенными пробами непосредственно в стойку автосамплера. Это исключает этап переноса проб и тем самым снижает риск их перепутать. Если пробирка для разложения помечена штрихкодом, ее можно просто перенести в стойку автосамплера, и система автоматически добавит пробу в серию.



Вопрос:

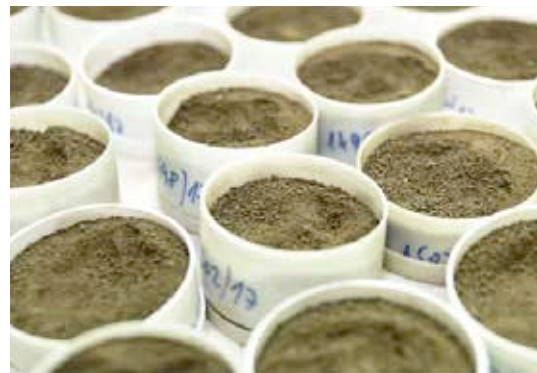
Пробы с высоким содержанием матрицы всегда плохо поддавались анализу большинством методов атомной спектроскопии. Вам известны какие-нибудь инновации, которые упрощают анализ таких проб?

Ответ:

Химикам часто приходится разлагать большие количества пробы, чтобы добиться хороших степеней извлечения следовых количеств элементов. Хорошим примером таких анализов может быть определение ртути в продуктах питания или золота в минералах. Такой подход может привести к тому, что суммарное содержание растворенных веществ в пробе будет превышать 20%. Такие пробы создают очень высокую нагрузку на систему подачи проб и на горелку спектрометра ИСП-ОЭС, так как они могут приводить к появлению отложений и засорению системы.

Основное нововведение, позволяющее спектрометрам ИСП-ОЭС анализировать пробы с высоким содержанием матрицы, — это вертикальная горелка. Горизонтальная горелка при подаче проб с высоким содержанием матрицы быстро столкнется с проблемой отложения солей. Вертикальные горелки более устойчивы к этой проблеме.

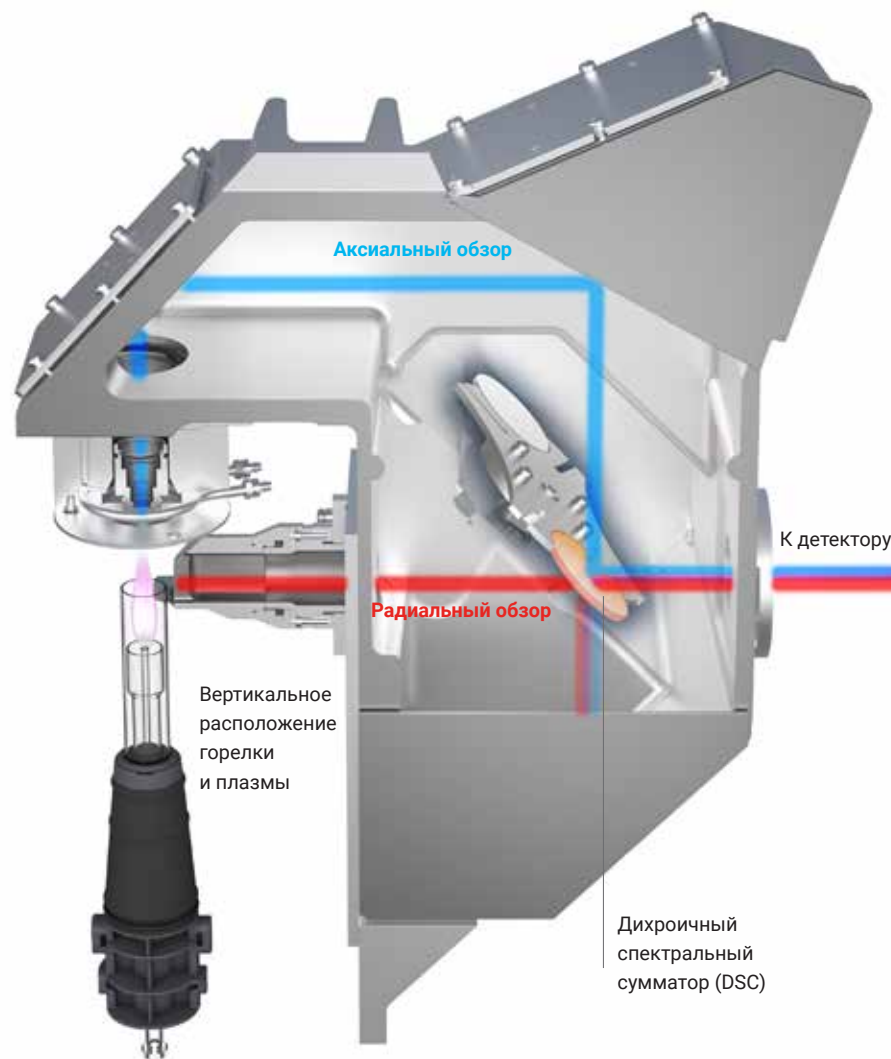
Большинство современных спектрометров ИСП-ОЭС поддерживает двойной обзор плазмы. Они позволяют переключаться между аксиальным или радиальным режимом обзора плазмы в зависимости от определяемого элемента. В режиме аксиального обзора прибор собирает свет, «глядя» вдоль факела плазмы. В режиме радиального обзора свет собирается сбоку от факела. Радиальный режим лучше подходит для определения элементов с интенсивными линиями или таких, которые могут присутствовать в пробе в высокой концентрации. Аксиальный режим позволяет собрать больше света от элементов с линиями малой интенсивности или от следовых элементов. Проблема в том, что переключение режима обзора в ходе анализа увеличивает его продолжительность. Особая конструкция оптики, реализованная в спектрометре Agilent 5100 и унаследованная спектрометром Agilent 5900, позволила преодолеть эту проблему.



«Основное нововведение, позволяющее спектрометрам ИСП-ОЭС анализировать пробы с высоким содержанием матрицы, — это вертикальная горелка, поддерживающая аксиальный и радиальный режимы обзора плазмы. Горизонтальная горелка при подаче проб с высоким содержанием матрицы быстро столкнется с проблемой отложения солей. Вертикальные горелки менее склонны к возникновению этой проблемы».

Компания Agilent изобрела специальный оптический элемент, называемый дихроичным спектральным сумматором. Он впервые появился в спектрометрах Agilent 5110 и устанавливается во все спектрометры Agilent 5900. Этот элемент одновременно собирает свет от радиального и аксиального обзоров факела (см. рисунок рядом). При задании параметров серии анализов прибор автоматически выбирает нужный режим обзора плазмы для каждого выбранного элемента. Предположим, что вы определяете распространенные элементы, такие как калий и натрий, совместно со следовыми количествами магния и бора. Такая ситуация часто встречается при анализе проб сельскохозяйственного происхождения. Спектрометр Agilent 5900 автоматически выберет радиальный режим для определения калия и натрия и аксиальный режим для определения следовых элементов.

В такой ситуации также может быть полезна функция Agilent IntelliQuant Screening. Она помогает быстро провести скрининг всех элементов пробы и определить, в каких пропорциях они в ней находятся. Это позволяет отредактировать методику или разбавить пробу, чтобы, например, обойти проблемы с пробами, которые выходят за верхний предел диапазона калибровки.



Спектрометр ИСП-ОЭС Agilent 5900 включает в себя специальный оптический элемент — дихроичный спектральный сумматор (DSC), выделенный на рисунке оранжевым. Он позволяет одновременно измерять и аксиальную, и радиальную эмиссию факела плазмы. Это экономит немало времени по сравнению с измерением в каждом режиме отдельно.

«Если забыть пополнить бутылку внутреннего стандарта, график интенсивности линий внутренних стандартов укажет на эту проблему».



Наблюдение в режиме реального времени за графиком интенсивности линий внутренних стандартов позволяет быстро понять, что происходит с пробой. В этом примере мы видим график интенсивности линий двух внутренних стандартов (красная линия — скандий, голубая — иттрий) в ходе серии анализов. Падение линии ниже отношения 1 указывает на потенциальное подавление сигнала и предупреждает оператора о том, что для этой пробы может потребоваться коррекция по внутреннему стандарту.

В анализе проб с высоким содержанием матрицы часто используется внутренний стандарт. Это особенно распространено, когда матрица калибровочных стандартов отличается от матрицы пробы. По результатам измерения внутренних стандартов ПО автоматически корректирует результаты анализа пробы и препятствует тем самым подавлению сигнала, вызванному высокой концентрацией матрицы.

Спектрометры Agilent 5800 и Agilent 5900 поддерживают функцию, которая отслеживает и отображает график интенсивности линии внутреннего стандарта на протяжении всей

серии анализов. Снижение интенсивности линии внутреннего стандарта указывает на подавление сигнала для пробы с высоким содержанием матрицы. Вы можете либо положиться на автоматическую коррекцию по внутреннему стандарту, либо разбавить пробу, чтобы уменьшить степень подавления сигнала.

Функция наблюдения за интенсивностью линии внутреннего стандарта также полезна для химиков, которые одновременно пытаются делать сразу множество дел. Когда вы очень заняты, несложно забыть выполнить какое-нибудь незначительное действие. Например, можно забыть заполнить бутылку внутреннего стандарта. Если внутренний стандарт в ней закончится, график интенсивности линии внутреннего стандарта упадет.

Также у этих спектрометров появилась функция условного поиска выпадающих результатов (OCF). Она позволяет задать предельное значение для результатов определения внутреннего стандарта и автоматически пометить все значения, выходящие за эти пределы.

Пробы с высоким содержанием матрицы могут привести к появлению кристаллических отложений на элементах системы ввода проб. Эти отложения могут привести к постепенному засорению системы и снижению интенсивности аналитического сигнала. Засорившийся распылитель приведет к отказу спектрометра и к необходимости переделать анализ. Функция Neb Alert спектрометров Agilent 5800 и Agilent 5900 с помощью интеллектуальных датчиков наблюдает за давлением аргона в распылителе. Она предупредит оператора о засорении распылителя. Утечка из линии подачи газа к распылителю также приведет к появлению предупреждения.



Другие интеллектуальные датчики спектрометров Agilent 5800 и Agilent 5900 используют новую функцию заблаговременного оповещения о необходимости проведения профилактического обслуживания (EMF). Эта функция позволяет настроить показ определенных предупреждений в моменты, зависящие от загрузки прибора.

Например, она позволяет настроить сообщения, предупреждающие оператора о необходимости:

- прочистить горелку, распылительную камеру или распылитель;
- заменить трубки перистальтического насоса;
- очистить или заменить входное окно оптики;
- очистить кран-переключатель;
- выполнить калибровку монохроматора.

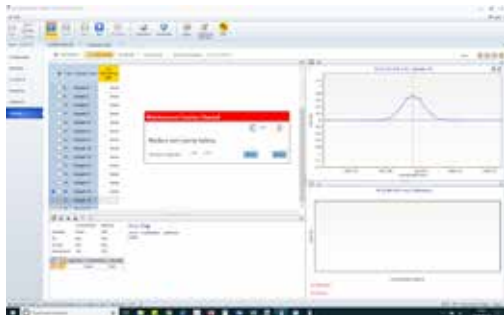
Эти предупреждения показываются не через заданные интервалы времени, а в зависимости от загрузки прибора. Это позволяет оптимизировать график техобслуживания.

Вопрос:

Какие еще встроенные функции мониторинга современных приборов позволяют экономить время лаборатории?

Ответ:

Чтобы сократить количество случаев непрохождения проверки контроля качества, в большинстве лабораторий чистят и обслуживают прибор по графику. Однако для лабораторий с непостоянной загрузкой это может означать, что прибор приходится чистить всего лишь после 100 проб за неделю. С другой стороны, для загруженных работой лабораторий это может означать чистку после анализа 5 000 проб за неделю. Намного лучше планировать техническое обслуживание в зависимости от загрузки, как мы планируем, например, обслуживание автомобиля.



Спектрометры ИСП-ОЭС Agilent 5800 и Agilent 5900 поддерживают интеллектуальные функции наблюдения за техническим состоянием прибора. Они предупреждают оператора о необходимости технического обслуживания в зависимости от того, сколько анализов задано в качестве предельного значения.



Вопрос:

Одна из проблем, о которой все давно знают, — это пробы, выходящие за пределы диапазона калибровки. Могут ли помочь в решении этой проблемы какие-нибудь новые функции оборудования?

Ответ:

Как правило, химику, столкнувшемуся с проблемой слишком концентрированной пробы, приходится разбавлять ее и повторять анализ. При исследовании большого количества неизвестных или необычных проб это может означать большие затраты времени на разбавление и повторный анализ проб.

Современные спектрометры ИСП-ОЭС, как правило, позволяют выбрать для каждого измеряемого элемента несколько эмиссионных линий. Я уже говорил о том, что это стоит делать для каждой методики. Это позволяет переключиться на менее интенсивную линию, если сигнал от выбранной линии определяемого элемента привел к насыщению детектора, и избежать разбавления пробы. Вам придется добавить в серию калибровочный стандарт высокой концентрации для проверки линейности, однако вы избежите необходимости разбавлять и заново анализировать одну и ту же пробу.

И снова здесь может помочь функция IntelliQuant. Грубый анализ проб с помощью функции IntelliQuant Screening позволяет быстро обнаружить элементы с высокой концентрацией. Это позволяет еще до начала анализа решить, не следует ли разбавить пробу или переключиться для этих элементов на менее интенсивную линию. Функция IntelliQuant даже порекомендует подходящую длину волны в зависимости от полученного состава пробы.

На рынке доступны автоматические разбавители, такие как ESI prepFAST, которые позволяют автоматически разбавить слишком концентрированную пробу. Если прибор отметит пробу как слишком концентрированную, prepFAST автоматически добавит эту пробу в конец серии и разбавит ее настолько, чтобы она попала в диапазон калибровки. Функция IntelliQuant позволяет оценить концентрацию элемента в пробе и задать степень разбавления до начала анализа. Если вам часто приходится разбавлять и переделывать пробы, то эти системы окупятся очень быстро.



«Если сигнал от выбранной линии определяемого элемента привел к насыщению детектора, вы можете переключиться на менее интенсивную линию и избежать разбавления пробы».

Какой спектрометр ИСП-ОЭС больше соответствует вашим требованиям?



Опико-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) Agilent 5800

Спектрометр Agilent 5800 оборудован датчиками и производительными микропроцессорами с интеллектуальными алгоритмами и функциями диагностики, помогающими планировать техническое обслуживание, автоматически устранять неисправности и идентифицировать проблемы, которые могут отрицательно повлиять на результаты анализа. Незаметно работая, спектрометр 5800 «думает» как эксперт, давая рекомендации и решая проблемы до их возникновения. Его интеллектуальный функционал позволяет сократить количество проб, требующих повторных анализов, и повышает надежность результатов.

Дополнительная информация:
www.agilent.com/chem/5800icpoes

Опико-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) Agilent 5900

Спектрометр Agilent 5900 включает в себя все интеллектуальные функции спектрометра Agilent 5800, но выполняет измерения быстрее любого другого спектрометра ИСП-ОЭС, позволяя тем самым повысить прибыль. Повышенная скорость анализа позволяет сэкономить аргон, увеличить прибыльность лаборатории и получить результаты, которые можно с уверенностью передать заказчику.

Дополнительная информация:
www.agilent.com/chem/5900icpoes

Дополнительная информация:

www.agilent.com/chem/

Покупка через Интернет:

www.agilent.com/chem/store

Ответы на технические вопросы и доступ
к ресурсам сообщества Agilent:

community.agilent.com

Россия

+7 495 664 73 00

+7 800 500 92 27

customercare_russia@agilent.com

Европа

info_agilent@agilent.com

Азиатско-Тихоокеанский регион

inquiry_lsca@agilent.com

Информация может быть изменена без уведомления.