

Funktionen und Betrieb des Advanced Dilution System 2

Automatisierung von Kalibrierung und
Probenverdünnung bei Agilent ICP-OES und
ICP-MS Geräten



Verbessern Sie die Effizienz Ihres Arbeitsablaufs

Mehr denn je sehen sich heute Labore weltweit mit immer komplexeren Herausforderungen konfrontiert. Mehr Analysen sollen mit weniger Ressourcen durchgeführt werden, was dazu geführt hat, dass viele Analysepraktiken neu bewertet wurden. Die Automatisierung bestimmter Aufgaben kann Laborleitern helfen, sowohl die Arbeitsabläufe als auch die Ressourcennutzung zu optimieren. Um die Effizienz von Laboren zu steigern, die mit Agilent ICP-OES oder ICP-MS Geräten arbeiten, hat Agilent das Advanced Dilution System 2 (ADS 2) entwickelt – ein vollintegriertes, automatisches Inline-Verdünnungssystem für Routineapplikationen mit hohem Probendurchsatz. Das ADS 2 ermöglicht die automatische, bis zu 400-fache Verdünnung von Standard-Stammlösungen und Proben, wodurch es sich ideal für die automatische Vorbereitung von Kalibrierungsstandards und Proben oder die Verdünnung von Proben mit Werten über dem zulässigen Bereich eignet. Das ADS 2 reduziert wirksam die Anzahl der vom Bediener auszuführenden manuellen Aufgaben

bei der Vorbereitung einer quantitativen Methode für die ICP-OES oder ICP-MS, sodass mehr Zeit für andere Aufgaben bleibt. Das mit zwei Spritzen arbeitende ADS 2 ist für Agilent 5800 und 5900 ICP-OES und Agilent 7850, 7900 und 8900 ICP-MS* verfügbar. Das ADS 2 und das Advanced Valve System (AVS)** arbeiten über eine Softwaresteuerung nahtlos zusammen und maximieren so den Probendurchsatz, verkürzen die Probenbearbeitungszeit und senken die Kosten pro Probe. Das integrierte Design des ADS 2 und des AVS vermeidet Verzögerungen, wenn keine Verdünnung durchgeführt wird, und beseitigt damit einen gängigen Nachteil anderer Verdünnungssysteme. Darüber hinaus stellt das Design sicher, dass das System stets für die Inline-Probenverdünnung zur Verfügung steht. Wenn eine reaktive Verdünnung einer Probe benötigt wird, stellt die intelligente Software die Ergebnisse für die verdünnte Probe am Ende jedes Laufs übersichtlich dar, während der volle Zugang zu allen Daten stets erhalten bleibt.

Funktionen des automatischen Verdünnungssystems ADS 2

Das ADS 2 ist ein vollintegriertes System, das im Fall des ICP-OES über die Agilent ICP Expert-Software ab Version 7.7 oder im Fall des ICP-MS über die Agilent ICP-MS MassHunter Software, ab Version 5.3 gesteuert wird.

Das unkomplizierte automatische Verdünnungssystem mit zwei Spritzen ermöglicht:

Automatische Kalibrierung – Das ADS 2 bereitet automatisch Kalibrierungsstandards aus genauen Verdünnungen einer Standard-Stammlösung vor. Der Analytiker stellt einfach die Standard-Stammlösung auf das Rack des automatischen Probengebers und definiert mithilfe des Assistenten für die automatische Kalibrierung den Kalibrierungsbereich. Daraufhin werden automatisch Kalibrierungskurven mit mehreren Punkten erstellt. Der Assistent für die automatische Kalibrierung unterstützt mehrere Standard-Stammlösungen und Kalibrierungsbereiche pro Element. Im Gegensatz zu manuellen Prozessen ist die automatische Kalibrierung ein praktischer und effizienter Prozess, der dem Analytiker Zeit erspart, Abfall minimiert und das Risiko von Fehlern oder Kontaminationen bei der Analyse reduziert.

Präskriptive Verdünnung – Während der Methodeneinrichtung kann der Bediener einen definierten (präskriptiven) Verdünnungsfaktor für die automatische Vorbereitung von Probenverdünnungen einstellen. Muss eine Serie von Probenlösungen beispielsweise vor der Analyse 10-fach (1 zu 10) verdünnt werden, gibt der Analytiker einfach den Verdünnungsfaktor 10 in die Probenliste ein. Die Software weist dann automatisch das ADS 2 dazu an, vor der Probenanalyse die Lösungen zu verdünnen.

Reaktive Verdünnung – Nach einem unerwarteten Ereignis, etwa wenn das Messergebnis für eine Probe oberhalb des Kalibrierungsbereichs liegt oder wenn ein Problem bei der Wiederfindung des internen Standards besteht, kann das ADS 2 eine automatische Verdünnung durchführen. Die Software verwendet einen Algorithmus, um basierend auf dem fehlgeschlagenen Ergebnis einen geeigneten reaktiven Verdünnungsfaktor zu berechnen, und löst eine Wiederholung der Probenmessung aus. Dieser automatische Prozess sorgt dafür, dass am Ende eines Laufs ein vollständiger Datensatz verfügbar ist, und macht damit zeitaufwändige, manuelle Wiederholungsanalysen überflüssig. Proben, die in verschiedenen Verdünnungen gemessen wurden, werden gemäß dem korrekten, im zulässigen Bereich liegenden Ergebnis für jedes Element zusammengefasst. Diese softwaregestützte Durchsicht der Daten ermöglicht einen schnelleren Export der Ergebnisse, was den Prozess für den Analytiker erleichtert.

Kürzere Bearbeitungszeiten – Das ADS 2 ist so optimiert, dass es, wenn es nicht gerade aktiv eine Lösung verdünnt, den Arbeitsablauf nahezu gar nicht verzögert, in der Regel um weniger als zwei Sekunden. Die Lösung wird nur dann durch den Verdünnungs-Flussweg des ADS 2 geleitet, wenn eine Verdünnung ausgelöst wurde (entweder in der Probenliste definiert oder manuell). Damit bietet das ADS 2 die Vorteile einer intelligenten automatischen Verdünnung bei gleichzeitiger Aufrechterhaltung kurzer Probenbearbeitungszeiten, vergleichbar mit denen eines mit einem AVS-Schaltventil ausgestatteten ICP-Systems.

Geringere Kosten pro Analyse – Dank seinem einfachen Zwei-Spritzen-Design und indem Proben und Lösungen nur bei Bedarf verdünnt werden, spart das ADS 2 Verbrauchsmaterialien wie Ersatzspritzen und Ventil-Verschleißteile. Der Verbrauch an Labormaterialien, einschließlich Handschuhen, Probenfläschchen und Pipettenspitzen, sowie die Abfallentsorgungskosten werden verglichen mit manuellen Verdünnungen gesenkt. Der kosteneffiziente Betrieb des ADS 2 wird durch seine intelligente, softwaregesteuerte Funktionsweise, die Analysendauer und ICP-Betriebskosten (Argon- und Stromverbrauch usw.) spart, weiter verbessert.

Einfache Benutzung – Zahlreiche Tools in der ICP Expert und ICP-MS MassHunter Gerätesteuerungssoftware optimieren die Methodenentwicklung, Datenanalyse, Berichterstellung und Fehlersuche bei Verwendung des ADS 2. Beide Softwaresuites umfassen interaktive Flusswegdiagramme, die in Echtzeit Systeminformationen über das ADS 2 bereitstellen, und das Hilfe- und Lernzentrum enthält detaillierte Informationen darüber, wie das System verwendet und einfach instand gehalten wird. Zu den Funktionen zählen das System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF), welches mit Zählern und Sensoren die Geräteleistung verfolgt, ein Wartungsprotokoll sowie Online-Ratgeber zur Unterstützung der Entscheidungsfindung, damit die vorbeugende Wartung zum richtigen Zeitpunkt ausgeführt wird.

Alles von Agilent – Das ADS 2 ist für Agilent ICP optimiert und als integriertes System konzipiert. Alle Einstellungen sind in der Methode enthalten, sodass nur der Umgang mit der Softwareapplikation erlernt werden muss. Die enge Verzahnung des automatischen Verdünnungssystems mit dem Gerät ermöglicht erweiterte Funktionen, die nur dann realisierbar sind, wenn Software und Hardware als Einheit konzipiert sind. Kauf- und Supportprozesse sind unkompliziert, da alles von einem Unternehmen stammt.

Wie funktioniert das ADS 2?

Die zwei Spritzen des ADS 2 werden nur betätigt, wenn die Durchführen einer Verdünnung erforderlich ist, was die Effizienz des ICP-Arbeitsablaufs maximiert und die Bearbeitungszeit für Analysen und die Kosten pro Probe verringert. Wie in Abb. 1 und 2 dargestellt, arbeitet das ADS 2 mit zwei separaten Betriebsmodi (Nichtverdünnung und Verdünnung).

Im Nichtverdünnungsmodus (Abb. 1a und b) wird die Probe am ADS 2 vorbeigeleitet, wodurch der Durchsatz einer Schaltventilmethode beibehalten und die Lebenszeit der Systemkomponenten maximiert wird. Im Verdünnungsmodus (Abb. 2a bis d) ermöglicht die Umschaltung zwischen Ventil A und B eine automatische Inline-Verdünnung für die ICP-Analyse, wodurch manuelle Prozesse wie Kalibrierungsvorbereitung und Probenverdünnung wegfallen. Das ADS 2 injiziert automatisch eine Luftblase zwischen Probe und Trägerlösung, um ein Vermischen mit der Trägerlösung zu verhindern. Durch diesen Schritt wird die nutzbare Messzeit der Probe maximiert und die Ein- und Ausspülzeit minimiert.

Ventil A des ADS 2 dient der Steuerung des direkten Flusses zwischen AVS und Ventil C. An Ventil B strömt die Lösung vom automatischen Probengeber her ein und wird direkt an Ventil A oder in die Verdünnungsschleife geleitet. Die Spritzen, die Verdünnungsmittel und Trägerlösungen, niemals aber die Probenlösung, enthalten, sind mit Ventil B verbunden. Ventil C erleichtert das Ausspülen des ADS 2 Systems. Kontrollleuchten neben den Ventilen A und B zeigen an, welche Funktion gerade ausgeführt wird: Laden (gelb) oder Injektion (grün).

Das ADS 2 und AVS bieten zudem die Flexibilität, die automatische Inline-Zugabe von internem Standard während der Analyse ein- oder auszuschließen. Eine weitere Spritze und die damit verbundenen Kosten sind nicht nötig.

Nichtverdünnungsmodus

Wie in Abb. 1a dargestellt, bewegt sich die Sonde des automatischen Probengebers, um die Probe aufzunehmen (dargestellt in Dunkelblau), welche dann von der AVS-Pumpe zum Laden in die AVS-Proben-schleife angesogen wird. Die Verdünnungsschleife des ADS 2 wird umgangen. Das AVS befindet sich nun in der Ladeposition. Überschüssiges Probenmaterial wird durch die AVS-Pumpe in den Abfall geleitet. Zur gleichen Zeit gibt die peristaltische Pumpe zur Vorbereitung der Abgabe der Probe durch das AVS Spüllösung (hellblau) und interne Standardlösung (violett) an Zerstäuber, Zerstäuberkammer und Fackel des Instruments mit ICP ab. Die beiden Spritzen des ADS 2 werden im Nichtverdünnungsmodus nicht genutzt.

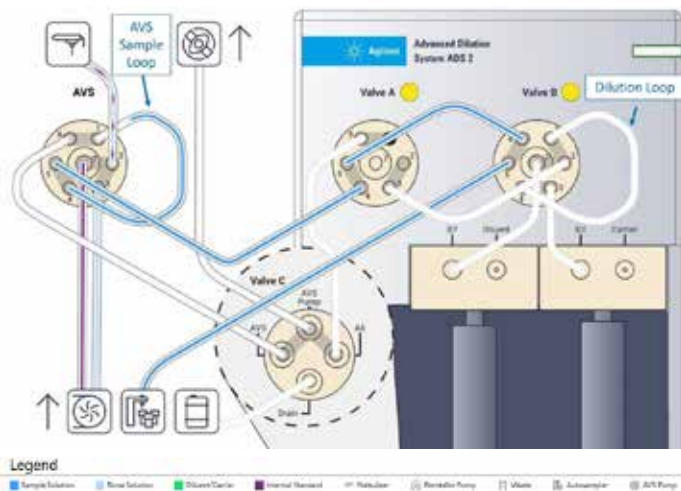


Abb. 1a. Nichtverdünnungsmodus: Die Probe wird vom automatischen Probengeber in das AVS geladen, wobei die Verdünnungsschleife des ADS 2 umgangen wird.

Wie in Abb. 1b dargestellt, wird die Probe (dunkelblau) mit dem internen Standard (violett) gemischt und durch die Trägerlösung (hellblau) in das Probenaufgabesystem des Instruments mit ICP gedrückt, wenn das AVS in die Injektionsposition umschaltet. Dieser Prozess wird von der peristaltischen Pumpe ausgeführt. Zur gleichen Zeit, in Vorbereitung auf die nächste Probe, wird der Flussweg zum automatischen Probengeber über die AVS-Pumpe und Ventil C (ebenfalls hellblau) gespült. Die Spritzen des ADS 2 verbleiben in der Ausgangsposition.

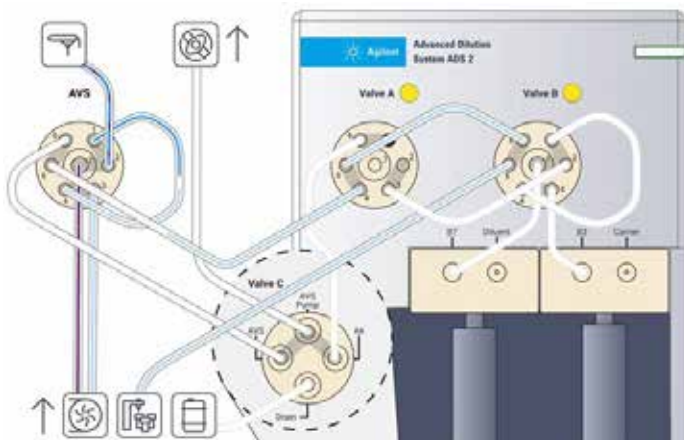


Abb. 1b. Probenaufgabe vom AVS an das Agilent ICP-OES oder ICP-MS (keine Verdünnung).

Verdünnungsmodus

Wie in Abb. 2a dargestellt, bewegt sich die Sonde des automatischen Probengebers, um die Probe aufzunehmen (dunkelblau), welche dann von der AVS-Pumpe zum Laden in die Verdünnungsschleife von Ventil B des ADS 2 angesogen wird. Überschüssiges Probenmaterial wird durch Ventil C abgeleitet und durch die AVS-Pumpe in den Abfall abgegeben. Gleichzeitig werden Zerstäuber, Zerstäuberkammer und Fackel zur Vorbereitung auf die Bereitstellung von Probe von der peristaltischen Pumpe mit Spül- (hellblau) und interner Standardlösung (violett) gespült. Das AVS befindet sich nun in der Ladeposition.

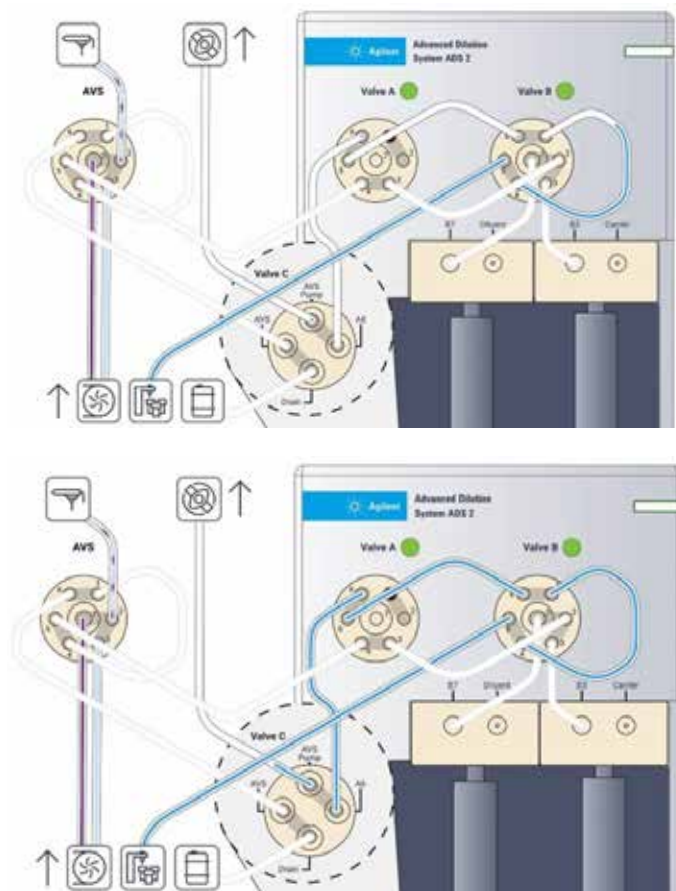


Abb. 2a. Verdünnungsmodus: Die Ladung der Probe in die Verdünnungsschleife des ADS 2 beginnt (oben); sobald diese vollständig gefüllt ist, wird das überschüssige Volumen in den Abfall geleitet (unten).

Wie in Abb. 2b dargestellt, schaltet Ventil B auf die Injektionsposition um, und die Spritzen für Verdünnungsmittel und Trägerlösung beginnen, die jeweilige Lösung in das Ventil bzw. die Schleife abzugeben. Das Verdünnungsmittel (grün) tritt an Port 7 in Ventil B ein, wo es an Port 2 mit der vorgeladenen Probe (dunkelblau) gemischt wird, die von der Verdünnungsschleife an Port 1 eintritt.

Eine kleine Luftblase wird injiziert, um zu verhindern, dass sich Probe und Trägerlösung mischen. Diese Trennung maximiert die Verfügbarkeit der Lösung für die Messung, ohne dass zusätzliches Zubehör erforderlich ist. Die Trägerlösungsspritze gibt die Trägerlösung (ebenfalls grün) ab, welche die Probe durch die Verdünnungsschleife drückt, ohne mit der Probenlösung in Berührung zu kommen. Während des gesamten Prozesses werden Zerstäuber, Zerstäuberkammer und Fackel weiterhin von der peristaltischen Pumpe mit Spül- (hellblau) und interner Standardlösung (violett) gespült, um auf die Probenabgabe vorzubereiten. Zu diesem Zeitpunkt befindet sich das AVS noch immer in der Ladeposition.

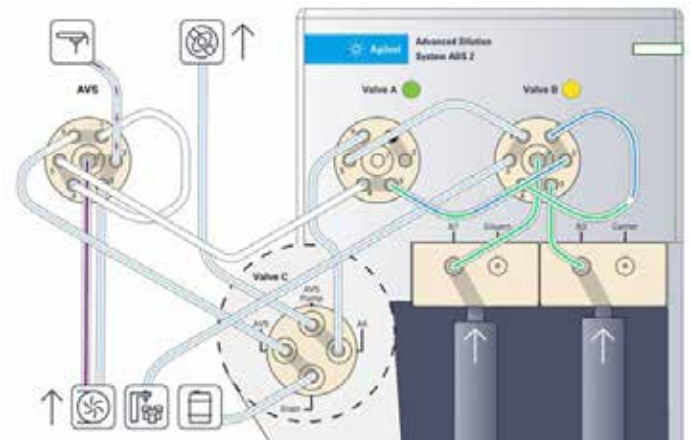


Abb. 2b. Verdünnungsprozess und Laden der AVS-Schleife.

Wie in Abb. 2c dargestellt, wird die verdünnte Probe (gemischt dunkelblau/grün) direkt von Ventil B nach Ventil A überführt und dort in die Probenschleife des AVS geladen. Überschüssige Lösung tritt aus der AVS-Probenschleife aus und wird dem Abfall zugeführt. Das AVS-Ventil befindet sich in der Ladeposition.

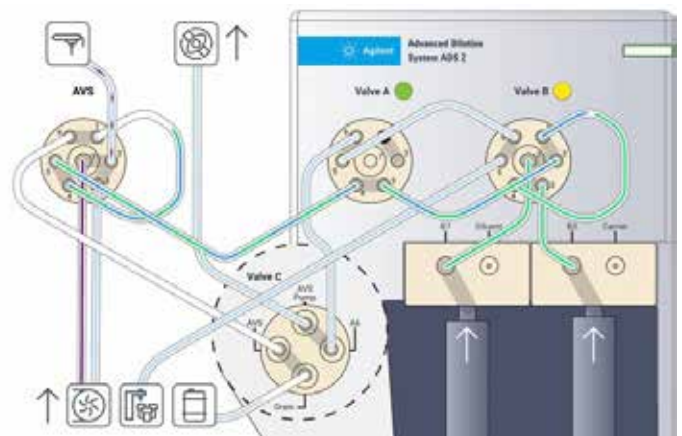


Abb. 2c. Laden der AVS-Schleife mit verdünnter Probe.

Wie in Abb. 2d dargestellt, schaltet das AVS-Ventil auf die Injektionsposition um. Die verdünnte Probe (gemischt dunkelblau und grün) wird mit dem internen Standard (falls verwendet) gemischt und dann durch die peristaltische Pumpe zum Zerstäuber geleitet. Gleichzeitig werden die Verdünnungsschleife und die Leitungen des automatischen Probengebers gespült und so auf die nächste Probe vorbereitet.

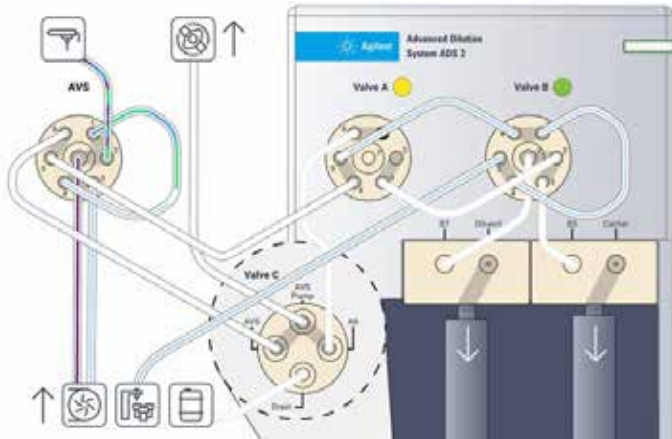


Abb. 2d. Abgabe der verdünnten Probe an Agilent ICP-OES oder ICP-MS.

Automatische Kalibrierung

Die Vorbereitung von Kalibrierungsstandards ist ein kritischer Schritt bei der Gewinnung hochwertiger analytischer Daten mittels ICP-OES oder ICP-MS. Um die Datengenauigkeit zu gewährleisten, muss die Kalibrierung aufmerksam und sorgfältig durchgeführt werden. In einer Umfrage aus dem Jahr 2023 landete das Vorbereiten von Kalibrierungsstandards auf dem zweiten Platz der manuellen Aufgaben, die Analytiker die meiste Zeit kosten.

Der Einsatz des ADS 2 zur automatischen Vorbereitung von Kalibrierungsstandards aus einer einzelnen Multielement-Standard-Stammlösung oder mehreren Standards beschleunigt den Kalibrierungsprozess. Durch die automatische Kalibrierung wird außerdem das Risiko von Fehlern und Kontaminationen, die mit manuellen Vorbereitungsmethoden verbunden sind, minimiert.

Sowohl das ICP Expert als auch das ICP-MS MassHunter Softwarepaket umfassen einen „Assistenten für die automatische Kalibrierung“, ein Beispiel ist in Abb. 3 zu sehen. Die „Stammlösungs-Bibliothek“ in der Software enthält eine Liste häufig verwendeter Kalibrierungsstandard-Stammlösungen. Benutzerdefinierte Standards können der Bibliothek problemlos hinzugefügt werden. Durch die einfache Auswahl einer Standard-Stammlösung aus der Bibliothek und Eingabe eines Verdünnungsfaktors werden die Kalibrierungskonzentrationen automatisch berechnet und das ADS 2 übernimmt die Kalibrierung des ICP.

Stock Name	Ag	Al	As	Au	S	Ba	Be
8500-6940	10000	10000	10000	0	0	10000	10000
5183-4688	10000	10000	10000	0	0	10000	10000
8500-6942	0	0	0	0	10000	0	0
5190-9418	100000	100000	100000	0	100000	100000	100000
8500-6948	0	0	0	10000	0	0	0
8500-6944	0	0	0	0	0	0	0
5183-4682	10000	10000	10000	0	0	10000	10000
IQC-026	100000	100000	100000	0	100000	100000	100000
IRMS-102	10000	10000	10000	0	0	10000	10000
Custom				0	500000	100000	5000

Dilution Factor to Level	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5	Level 6
Dilution Factor	0	200	100	50	10	50
Stock Solution	CalBK	PN_8500_6940	PN_8500_6940	PN_8500_6940	Custom	Custom

Abb. 3. Bibliothek der Standard-Stammlösungen (oben) und die automatische Berechnung der Kalibrierungskonzentrationen anhand des für die Stammlösung angegebenen Verdünnungsfaktors (unten).

Die Automatisierung der Vorbereitung von Kalibrierungsstandards beseitigt auch die bei manuellen Prozessen unvermeidliche Variabilität zwischen Bedienern, was die ICP-Datenqualität im Labor verbessert. Die automatisch vorbereiteten Kalibrierungsstandards generieren lineare Kalibrierungskurven über einen breiten analytischen Bereich, in der Regel mit Korrelationskoeffizienten (R) über 0,9999 und < 5% Fehler an jedem Punkt.

Eine repräsentative ICP-MS-Kalibrierungskurve für Thallium (^{205}Tl) von 0,25 bis 100 $\mu\text{g/l}$ ist in Abb. 4 dargestellt. Die ausgezeichnete Linearität der Kalibrierungsstandards für niedrige Konzentrationen (vergrößerter Maßstab, rechts) zeigt, dass das ADS 2 Standards präzise bis zu 400x verdünnen kann.

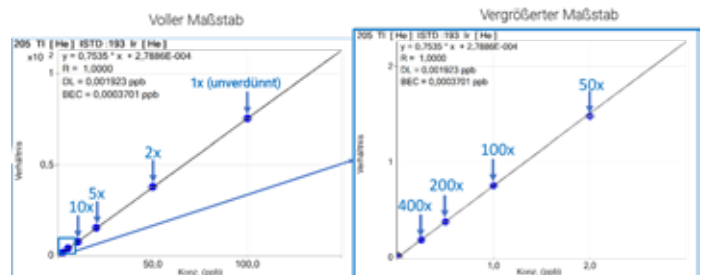


Abb. 4. Links: ICP-MS-Kalibrierungskurve für ^{205}Tl von 0,25 bis 100 $\mu\text{g/l}$ mit ausgezeichnetem Korrelationskoeffizienten von $R = 1,0000$, generiert in der Agilent ICP-MS MassHunter Software. Rechts: Eine vergrößerte Ansicht des Kalibrierungsstandards für niedrige Konzentrationen, vorbereitet im ADS 2 von 400x bis 50x.

Eine repräsentative ICP-OES-Kalibrierungskurve für Se bei 196,026 nm von 0,0125 bis 5 mg/l ist in Abb. 5 dargestellt. Die Daten zeigen einen ausgezeichneten Korrelationskoeffizienten von $R = 1,0000$ und $< 4\%$ Fehler, was die Eignung des ADS 2 zur genauen Verdünnung von Standards bis zu 400x weiter belegt.

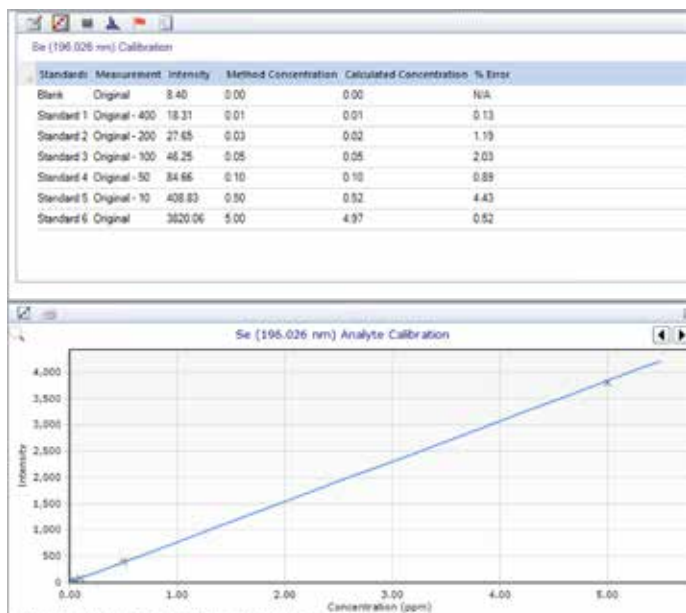


Abb. 5. ICP-OES-Kalibrierungskurve für Se bei 196,026 nm von 0,0125 bis 5 mg/l mit ausgezeichnetem Korrelationskoeffizienten von $R = 1,0000$, generiert in der Agilent ICP Expert-Software.

Die automatische Kalibrierung durch das ADS 2 stellt sicher, dass für jede Analyse frische Standards verwendet werden, und verbessert so die Datenqualität, während gleichzeitig die produzierte Abfallmenge verglichen mit der manuellen Standardvorbereitung sinkt.

Präskriptive Verdünnung

Das ADS 2 kann dem Analytiker Zeit sparen, indem es die mühseligen und repetitiven manuellen Aufgaben der präanalytischen Probenverdünnung automatisiert. Sobald die vordefinierten Verdünnungsfaktoren von 2x bis 400x in der Gerätesteuerungssoftware ausgewählt wurden, verdünnt das ADS 2 die Proben automatisch. Dank der präskriptiven Verdünnung ist die manuelle Verdünnung von Proben vor der Messung nicht mehr erforderlich, sodass dem Analytiker mehr Zeit zum Arbeiten an wichtigeren Aufgaben bleiben. Das ADS 2 bereitet Proben mit hoher Reproduzierbarkeit vor und eliminiert so das Risiko von Fehlern, wie sie im Zusammenhang mit manuellen Verdünnungsprozessen häufig auftreten.

Die präskriptive Verdünnung kann auch für QK-Lösungen wie zertifizierte Referenzmaterialien (CRMs) angewandt werden. Beispielsweise kann das ADS 2 den Verdünnungsfaktor, der für eine Probe verwendet wurde, auch auf ein CRM anwenden.

Reaktive Verdünnung

Laut einer im Jahr 2023 durchgeführten Umfrage gehören erneute Probenmessungen zu den fünf manuellen Aufgaben, die die Probenbearbeitungszeit und die Kosten pro Analyse am meisten steigern.

ICP Expert oder ICP-MS MassHunter Gerätesteuerungssoftwarepakete können automatisch bestimmen, ob ein Probenergebnis außerhalb des zulässigen Bereichs liegt. Unerwartete Ergebnisse können etwa ein Ergebnis, das außerhalb des Kalibrierungsbereichs liegt, oder ein Ergebnis, bei dem das Verhältnis des internen Standards außerhalb der vom Analytiker festgelegten Grenzwerte liegt, sein. In diesen Fällen löst die Software ohne Benutzerintervention eine automatische Verdünnung der Probe durch das ADS 2 für eine Wiederholungsmessung aus. Diese Herangehensweise vereinfacht die Analyse, senkt die Kosten für die manuelle Verdünnung und Wiederholungsmessung einer Probe und sorgt für kurze Bearbeitungszeiten bei gleichzeitiger Aufrechterhaltung der Genauigkeit der berichteten Ergebnisse. Eine reaktive Verdünnung für den Fall, dass eine Messung einer QK-Lösung fehlschlägt, ist auch verfügbar.

Reaktive Verdünnungshierarchie

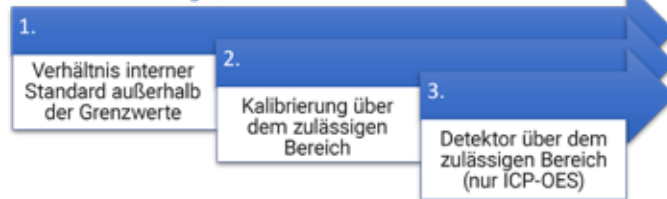


Abb. 6. Entscheidungsprozess für die reaktive Verdünnung in Agilent ICP Expert und ICP-MS MassHunter Softwarepaketen.

Einfach und smart

Sowohl die ICP Expert als auch die ICP-MS MassHunter Softwaresuite umfasst smarte Verdünnungslisten innerhalb der ADS 2-Funktionalität. Verdünnungslisten können Regeln für Aktionen basierend auf einem Ergebnis über dem zulässigen Bereich für eine Probe, einer fehlgeschlagenen QK-Messung oder eines Verhältnisses des internen Standards, das außerhalb der gewünschten Grenzwerte für einen Satz Schlüsselanalyten fällt, bereitstellen.

Kontrolle von Verdünnungs-Triggern für verschiedene Probenotypen

Wie in Abb. 7 und 8 gezeigt, bietet die Verdünnungslisten-Funktion die Flexibilität, Proben nur basierend auf Ergebnissen über dem zulässigen Bereich für ausgewählte Schlüsselemente zu verdünnen. Diese Liste kann dann individuell auf Proben angewandt werden, um unnötige Messungen zu vermeiden. Die Funktion garantiert kurze Bearbeitungszeiten und senkt die Kosten pro Probe.

Angenommen, ein Labor möchte einen Batch mit verschiedenen Wassertypen in einer einzigen analytischen Methode messen. Der zuständige Analytiker möchte kein Ergebnis für Natrium (Na) in Meerwasser berichten, Na jedoch bei der Analyse von Trinkwasserproben als Analyten aufnehmen. Durch Einrichten einer Verdünnungsliste, die Na als Verdünnungs-Trigger für Meerwasserproben ausschließt, kann die Software sicherstellen, dass keine Aktion durchgeführt wird. So werden unnötige Verdünnungen und Wiederholungsmessungen vermieden. Für Trinkwasser hingegen würde das ADS 2 automatisch (reaktiv) die Probe verdünnen.



Abb. 7. Registerkarte zur Verdünnungslistenkonfiguration in der Agilent ICP Expert 7.7 Software.

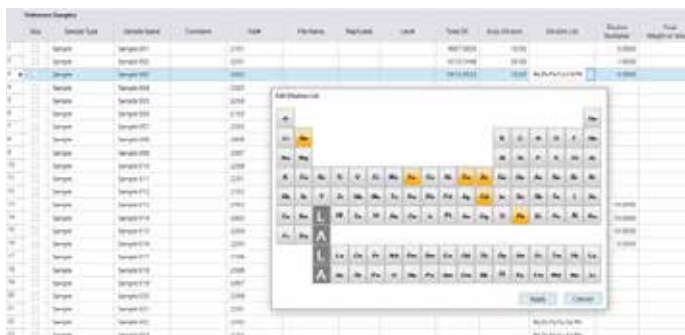


Abb. 8. Pop-up-Fenster zur Elementauswahl für die Verdünnungsliste in der Agilent ICP-MS MassHunter 5.3 Software.

Automatische Zusammenstellung der besten Ergebnisse für jede Probe

Die Zusammenfassungsfunktion der ICP Expert und ICP-MS MassHunter Software für ADS 2 vereinfacht und automatisiert Datenanalyse und Berichterstellung. Die Ergebniszusammenfassung nutzt einen smarten Algorithmus, um alle Messungen einer Probe zu filtern, und stellt für jedes Element das beste Ergebnis bereit, wie in Abb. 9 für Mg und Fe gezeigt. Das einzelne zusammengefasste Ergebnis für jeden Analyten in jeder Probe kann einfach aus der Gerätesoftware in die Berichtvorlage exportiert werden. Eine beispielhafte Zusammenfassungsansicht für ICP-OES Probandaten für Al, As, Ba und Fe ist in Abb. 10 zu sehen. Alle Daten für alle Proben werden gespeichert und können exportiert werden.

	Mg	Fe	
Höchster Kalibrierungsstandard	100		
Unverdünnte Konzentration	50	200	Konzentration über dem zulässigen Bereich erfordert Verdünnung
5x verdünnte Konzentration	10	40	
Zusammenfassungszeile	50	40	Zusammenfassungszeile wählt verdünnten Messwert, wenn dieser im zulässigen Bereich liegt

Messwerte im zulässigen Bereich unverändert

Abb. 9. Entscheidungsbaum der Zusammenfassungsfunktion für das Erstellen von Berichten. (Hinweis: Alle Ergebnisse mit unbereinigten Werten dargestellt.)

Lösungs- markierung	Al 237,512 nm mg/L	As 188,980 nm mg/L	Ba 455,403 nm mg/L	Fe 238,204 nm mg/L	Fe 239,563 nm mg/L	
Zusammenfassung	52,88	0,41	6,62	89,72	84,95	Konzentration von Al und Fe über dem zulässigen Bereich, erfordert Verdünnung
Original	487,65 u	0,41	6,62	738,65 u	738,63 u	
Verdünnung - 10	52,88	0,04	0,78	89,72	84,95	Original-Probenkonzentration akzeptabel für As und Ba

Abb. 10. Beispiel für Probandaten aus Agilent ICP Expert mit der vereinfachten Zusammenfassungszeile mit den besten Ergebnissen für jeden Analyten.

Variable Probenvolumen

Das ADS 2 kann mit Probenschleifen mit Volumen zwischen 0,5 und 3,0 ml ausgestattet werden, je nach verfügbarem Probenvolumen. Die Wahl der Schleife führt zu einer Messdauer zwischen 20 und 150 s mit ICP-OES oder 25 und 410 s mit ICP-MS, wie in Abb. 11 dargestellt. Das Design und die integrierte Steuerung des ADS 2 sorgen für eine gleichbleibende Messdauer sowohl im Nichtverdünnungs- als auch im Verdünnungsmodus.

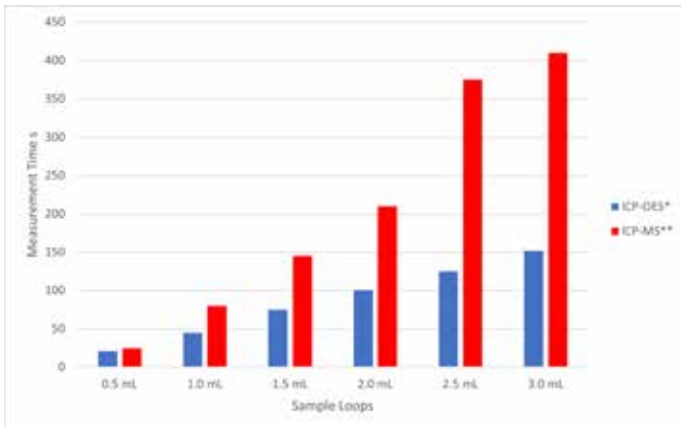


Abb. 11. Maximale ICP-OES und ICP-MS Messdauer mit verschiedenen Schleifen und damit verschiedenen Probenvolumen für das ADS 2.

* ICP-OES Messdauer basierend auf einer Stabilisierungszeit von 5 s, einer Drehzahl der peristaltischen Pumpe von 12 U/min und einem Weiß/weiß-Schlauch für die peristaltische Pumpe mit einem ID von 1,02 mm. ** ICP-MS Messdauer basierend auf einer Stabilisierungszeit von 20 s, einer Drehzahl der peristaltischen Pumpe von 0,1 U/s und einem Weiß/weiß-Schlauch mit 1,02 mm ID.

Nützliche Tools für die Methodenentwicklung

Sowohl das ICP Expert als auch das ICP-MS MassHunter Softwarepaket umfassen die folgenden smarten Tools, welche die Methodenentwicklung erleichtern:

- Bedingungsrechner – Ein nützliches Tool, das empfohlene Zeiten für Methodenparameter auf Grundlage definierter Schlauchtypen und -längen bereitstellt.

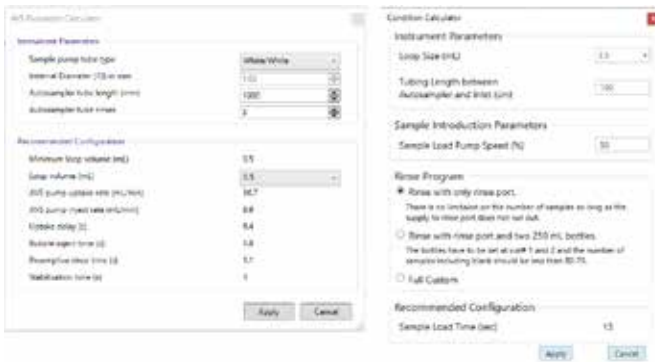


Abb. 12. Der Bedingungsrechner in Agilent ICP Expert (links) und Agilent ICP-MS MassHunter Software (rechts).

- AVS/ADS-Timing-Monitor – Um die Methodenbedingungen zu überprüfen oder weiter zu optimieren, zeigt die Funktion AVS/ADS-Timing-Monitor während der gesamten Methodensequenz das erfasste Signal an. Ist das Signal etwa für einen bestimmten Probentyp früher stabil als durch den Bedingungsrechner angegeben, kann die Stabilisierungszeit verkürzt und dadurch Zeit gespart werden. Das Analytsignal wird gemessen und jede Bedingungsänderung durch die Software markiert, wie in Abb. 13 für die Messung von Zn bei 213,857 nm mittels ICP-OES dargestellt. Dieses Tool ist auch hilfreich für die Fehlersuche bei potenziellen Problemen mit dem System.

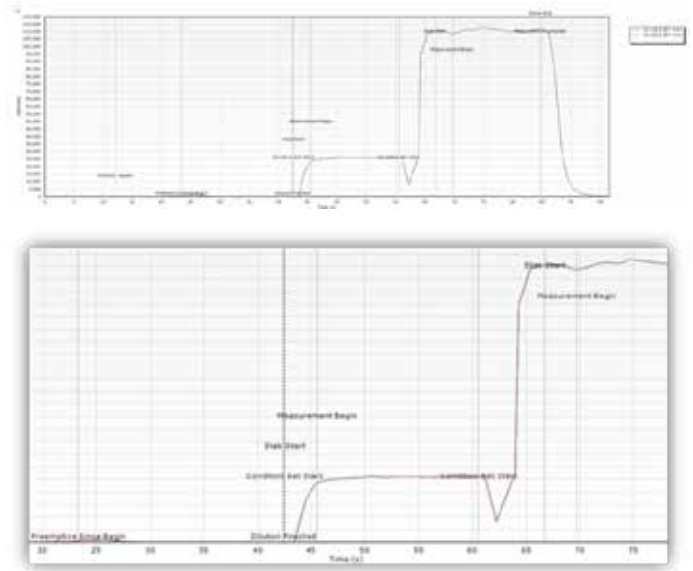


Abb. 13. Beispiel für die Agilent ICP Expert ADS/AVS-Timing-Überwachung anhand von Zn bei 213,857 nm in einer verdünnten Probe für eine ICP-OES-Methode mit zwei Bedingungen. Es wird ein Überblick über die Bedingungen für die Analyse gegeben. Die beiden Bedingungen beziehen sich auf die Radialmessung, gefolgt von der Axialmessung des Signals. Die eingestellte Stabilisierungszeit von > 5 s zwischen Einstellung der Axialbedingungen und Beginn der Messung könnte reduziert werden. Oben: Volle Sequenz. Unten: Vergrößerte Ansicht zwischen 20 und 75 s.

Senken der Kosten pro Probe und Vermeidung von Kontaminationen

Proben, so etwa einige im Feld genommene Gewässerproben, können direkt in 15- oder 50-ml-Röhrchen des automatischen Probengebers gesammelt und in ein Rack des automatischen Probengebers gestellt werden. Sie sind dann direkt bereit zur automatischen Verdünnung. Mit dieser Herangehensweise werden Aliquotüberführung und -verdünnung im Labor überflüssig, wodurch eine unnötige Probenbearbeitung vermieden wird. Darüber hinaus wird für Proben, für die – entweder vorgeschrieben oder reaktiv – mehrere Verdünnungen erforderlich sind, nur ein Fläschchen verwendet. Dieser effiziente Probenverarbeitungsprozess trägt zu kurzen Probenbearbeitungszeiten, einem reduzierten Risiko von Probenkontaminationen und Fehlern sowie geringeren Kosten pro Probe mit dem ADS 2 bei. Ein weiterer Vorteil der Automatisierung zeitaufwändiger und repetitiver manueller Aufgaben im Labor ist die Reduzierung der von den Mitarbeitern empfundenen körperlichen Ermüdung.

Die Eliminierung manueller Verdünnungsschritte mit dem ADS 2 steigert die Produktivität, senkt den Energieverbrauch und reduziert Abfälle bei Reagenzien und Verbrauchsmaterialien aus Kunststoff wie Pipettenspitzen, Probenfläschchen und Handschuhen. All diese Faktoren tragen gemeinsam zu einer Senkung der Kosten pro Analyse und Reduzierung der mit der Analyse verbundenen Umweltbelastung bei, was Laboren hilft, nachhaltiger zu werden.



Abb. 14. Die Eliminierung manueller Probenverdünnungsschritte kann helfen, Kunststoffabfälle zu reduzieren.

Fehlersuche und Wartung

Die Einbindung des ADS 2 in die ICP Expert und ICP-MS MassHunter Gerätesoftware suite ermöglicht eine volle Kontrolle über das Zubehör, Statusüberwachung, Wartungsnachverfolgung und verbesserte Fehlersuchfunktionen.

In der ICP-Gerätesteuersoftware ist ein interaktives Flusswegdiagramm enthalten, das die Bewegung von Probe, Spüllösung, Verdünnungsmittel, Trägerlösung und interner Standardlösung durch das automatische Verdünnungssystem in Echtzeit darstellt (Abb. 15). Der Flussweg zeigt die Lösungen in jeder Phase der Analyse. Falls eine Blockade vorliegt, kann das Diagramm dabei helfen, zu ermitteln, wohin die Lösung fließen sollte und wo sich die Blockade befinden könnte, was die Fehlersuche erleichtert.

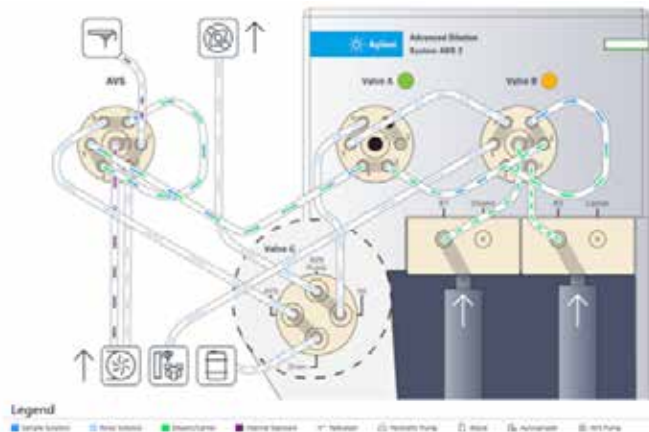


Abb. 15. Interaktives Flussweg-Diagramm, das die Bewegung der verschiedenen Lösungen durch das automatische Verdünnungssystem zum Probenaufgabesystem des Geräts veranschaulicht.

Der AVS/ADS-Timing-Monitor kann auch zur Unterstützung der Fehlersuche bei Problemen eingesetzt werden. Ist beispielsweise ein Schlauch undicht, das Verdünnungsmittelvolumen zu niedrig oder die Verdünnungsmittelflasche leer, gibt der Timing-Monitor zu erkennen, dass ein Problem besteht. Die Spur des Signals kann dann mit einer Bibliothek von Spuren im Hilfe- und Lernzentrum abgeglichen werden, in der die häufigsten Ursachen für Signalprobleme repräsentiert sind.

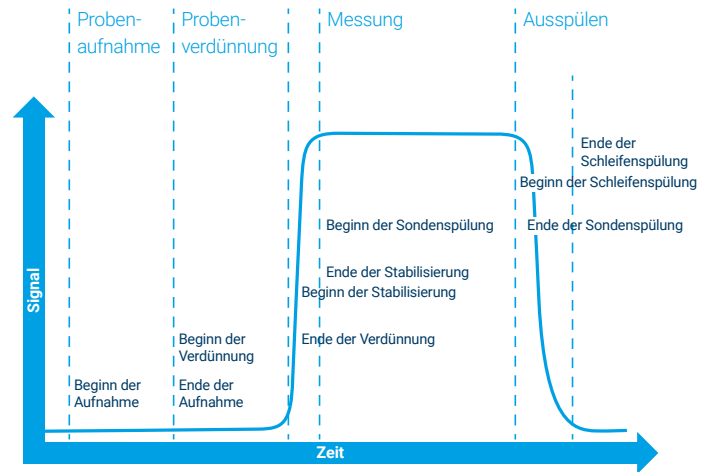


Abb. 16. Die Software umfasst automatisierte Funktionen zur Bestimmung der optimalen Methodeinstellungen basierend auf den eingegebenen Schlauchlängen und Probenschleifenlängen. Die Funktionen überwachen auch das Messsignal, um Informationen zur Feinabstimmung von Methodeinstellungen zu geben oder die Fehlersuche zu unterstützen.

System zur Meldung vorbeugender Wartungen (EMF)

Das EMF verfolgt die Komponenten des ICP-Geräts, des AVS und des ADS 2 nach und gibt eine Alarmmeldung aus, wenn eine Wartung erforderlich ist. Die EMF-Zähler zeigen in den Ampelfarben an, welche Wartungsmaßnahmen sofort durchgeführt werden sollten (rot), welche unmittelbar bevorstehen (gelb) und welche warten können (grün), wie in Abb. 17 dargestellt. Die Standardeinstellungen für die Zähler sind für die meisten allgemeinen Applikationen gut geeignet. Die Anwender können die Grenzwerte der Zähler jedoch auch an die jeweiligen spezifischen Anforderungen anpassen. Das EMF-System reduziert Ausfallzeiten und Reparaturkosten, indem es die Routinewartung der Komponenten nicht nach festgelegten Zeitintervallen plant, sondern nach der tatsächlichen Nutzung.

Da das ADS 2 die Spritzen und Schaltventile nur betätigt, wenn eine Verdünnung durchgeführt wird, stellt die EMF-Nachverfolgung sicher, dass eine Wartung nur bei Bedarf durchgeführt wird und nicht basierend auf der verstrichenen Zeit.

Das Wartungsprotokoll innerhalb der EMF-Funktion erfasst digital den Wartungsverlauf der Hardware, sodass ganz einfach bestimmt werden kann, ob das Gerät ausreichend gewartet wurde.



Abb. 17. Beispielhafter EMF-Screenshot mit Wartungszählern für ein Agilent ICP-OES, AVS und ADS 2.

Hilfe- und Lernzentrum

Um Analytikern bei der Entwicklung guter Praktiken für die Verwendung des ADS 2 zu helfen, enthält das Hilfe- und Lernzentrum Anleitungen und detaillierte Videos zu Betrieb, Wartung und Fehlersuche für das Zubehör. Sowohl die ICP Expert als auch die ICP-MS MassHunter Softwaresuite umfassen eine Schnellzugriff-Schaltfläche für das Hilfe- und Lernzentrum, die sich in der oberen rechten Ecke des Gerätesoftwarebildschirms befindet.

Spezifikationen

Verdünnungsbereich	2–400x
Genauigkeit der Spritzenpumpe	± 1 % bei 100 % Hub
Präzision der Spritzenpumpe	≤ 0,05 % bei 100 % Hub
Abmessungen	Höhe 37,9 cm (15 Zoll) Breite 15,8 cm (6,2 Zoll) Tiefe 31,3 cm (12,3 Zoll)
Gewicht	7,9 kg (17,4 lbs)
Höhe über Meeresspiegel	Bis zu 2000 m
Kompatibilität	Agilent 5900, 5800, 5110 ICP-OES Agilent 8900, 7900, 7850, 7800 ICP-MS
Automatischer Probengeber	Agilent SPS 4, SPS 6 oder anderer durch die Gerätesoftware unterstützter automatischer Probengeber
Software	Erfordert MassHunter 5.3 oder höher für ICP-MS Erfordert ICP Expert 7.7 oder höher für ICP-OES

explore.agilent.com/icp-automation

DE07677911

Änderungen dieser Informationen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2024-2025
Gedruckt in den USA, 12. Dezember 2025
5994-7211DEE



Abb. 18. Greifen Sie in den integrierten Softwareseiten des Hilfe- und Lernzentrums der ICP Expert und ICP-MS MassHunter Softwaresuites auf Verfahren für Installation, Betrieb, Wartung und Fehlersuche für das ADS 2 zu.

Weitere Informationen

1. McCarthy, D., Automatisierung des Arbeitsablaufs für die Analyse von Böden mittels ICP-OES, Publikation von Agilent, [5994-7203DEE](#)
2. Bradford, R., Bestimmung mehrerer Elemente in Lithiumsalzen unter Einsatz automatisierter Verdünnung mit ICP-OES, Publikation von Agilent, [5994-7179DEE](#)
3. Zou, A. Yamanaka, M., Intelligente Analyse von Abwasser anhand eines Agilent ICP-MS mit integriertem automatischen Verdünnungssystem, Publikation von Agilent, [5994-7113DEE](#)
4. Yamashita, R., Automatisierte Analyse von Umweltproben mit niedrigem bis hohem Matrixanteil anhand einer einzigen ICP-MS-Methode, Publikation von Agilent, [5994-7114DEE](#)
5. Riles, P., Produktive Analyse von Proben mit hohem Matrixanteil mit dem ICP-MS mit Advanced Dilution System, Publikation von Agilent, [5994-7232DEE](#)

