

## Coni di interfaccia per ICP-MS Agilent



### Studio comparativo

I sistemi ICP-MS (spettrometro di massa al plasma accoppiato induttivamente) Agilent utilizzano tecnologie innovative per offrire sensibilità, accuratezza, facilità d'uso e produttività eccellenti. I sistemi ICP-MS a quadrupolo Agilent 7800 e 7900 offrono la massima tolleranza alla matrice, il più ampio range dinamico e la più efficace rimozione delle interferenze per gli elementi a livello di tracce nelle più tipiche applicazioni. Il sistema ICP-MS a triplo quadrupolo Agilent 8900 (ICP-QQQ) aggiunge la funzionalità MS/MS, che offre un controllo preciso dei processi della cella di reazione per garantire la massima uniformità e accuratezza dei risultati. Questa abilità risolve interferenze che vanno oltre le capacità di un tradizionale sistema ICP-MS a singolo quadrupolo e a campo settoriale ad alta risoluzione.

Il design della sorgente al plasma e dell'interfaccia in vuoto è di fondamentale importanza per le prestazioni complessive di qualsiasi sistema ICP-MS. Per ottenere risultati ottimali, elementi fondamentali sono i coni di interfaccia di alta qualità che contribuiscono alla sensibilità e alla stabilità di un sistema ICP-MS. La gamma Agilent di coni di interfaccia con punta in nickel (Ni) e platino (Pt) offre il livello di prestazioni necessario per la nostra gamma di sistemi ICP-MS a singolo e a triplo quadrupolo (Figure 1 e 2).



**Figura 1.** Cono di campionamento in Ni originale Agilent con base in rame.



**Figura 2.** Cono per skimmer in Ni originale Agilent.

## Fattori che determinano le prestazioni dei coni di interfaccia

Un requisito fondamentale per i coni di interfaccia è avere dimensioni precise e accurate in corrispondenza della punta e dell'orifizio per garantire la sensibilità dello strumento. Il materiale del cono deve essere di purezza sufficiente per evitare un segnale di fondo elevato e la contaminazione. La massa di ogni cono deve essere ben controllata e uniforme per garantire la corretta temperatura di funzionamento in corrispondenza della punta, il che assicura una buona stabilità a lungo termine del segnale.

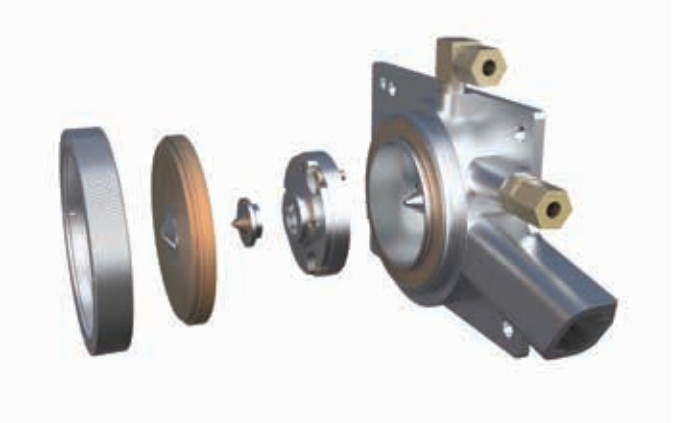
Per questi motivi, le prestazioni dei coni di interfaccia di diversi produttori possono presentare variazioni significative, che possono anche avere effetti negativi sull'accuratezza e sull'affidabilità dei risultati ICP-MS. Tipici problemi prestazionali includono:

- bassa sensibilità, che comporta limiti di rivelabilità elevati;
- fondo elevato, che degrada la concentrazione equivalente al fondo (BEC);
- deriva dello strumento nel corso dell'analisi di un lotto di campioni, che può causare il mancato superamento del controllo qualità e richiedere la ricalibrazione e la ripetizione dell'analisi del campione;
- maggiori esigenze di pulizia a causa dell'eccesso di depositi di matrice sul cono, che possono aumentare il fermo macchina e ridurre la produttività del laboratorio;
- minore durata dei coni, che aumenta il costo delle analisi e ha effetti sulla redditività del laboratorio.

In questa panoramica vengono confrontati coni di interfaccia (di campionamento e per skimmer) di diversi fornitori, concentrandosi sugli aspetti che sono fondamentali per le prestazioni analitiche dei sistemi ICP-MS.

## Sviluppo dei coni di interfaccia Agilent

L'interfaccia ICP-MS comprende una prima regione in vuoto situata tra una coppia di piastre metalliche coniche, note come coni di interfaccia (Figura 3). I coni di interfaccia campionano gli ioni prodotti nel plasma di argon a pressione atmosferica e li trasmettono attraverso le lenti di estrazione, che a loro volta trasmettono gli ioni carichi positivamente nello spettrometro di massa. Il primo e il secondo cono sono indicati rispettivamente come cono di campionamento e cono per skimmer.



**Figura 3.** Regione di interfaccia di un sistema ICP-MS che mostra i coni di interfaccia (di campionamento e per skimmer) e la base dello skimmer.

Trattandosi di componenti così fondamentali per le prestazioni ICP-MS, i coni di interfaccia Agilent sono progettati e fabbricati nel rispetto di severe specifiche. I coni sono rigorosamente testati per garantire la massima qualità, ottimizzare le prestazioni dello strumento e assicurare la riproducibilità tra lotto e lotto.

Grazie a 30 anni di esperienza nella progettazione di sistemi ICP-MS, gli ingegneri Agilent progettano i coni di interfaccia insieme alle lenti di estrazione in modo da incrementare la trasmissione degli ioni e migliorare la tolleranza alla matrice. Le dimensioni dell'orifizio e la geometria della punta del cono sono ottimizzate e strettamente controllate. I nostri coni standard con punta in Ni, o alternativamente in Pt, utilizzano materiali di elevata purezza per ridurre al minimo qualsiasi segnale di fondo e garantire l'idoneità e la stabilità durante il funzionamento in condizioni di elevata temperatura e acidità del plasma.

## Produzione dei coni di interfaccia Agilent

La produzione dei coni per ICP-MS è un processo complesso che comporta la fabbricazione del cono rispettando le più rigide tolleranze e in cui si utilizzano più leghe per fissare in modo permanente la punta al materiale della base del cono.

I coni originali Agilent sono prodotti da tecnici esperti utilizzando apparecchiature all'avanguardia. Vengono utilizzati torni e frese sofisticati e la lavorazione mediante elettroerosione per garantire che tutti i coni soddisfino le nostre rigorose specifiche.

Il fissaggio sicuro e accurato della punta è parte integrante del design e viene ottenuto mediante saldatura a fascio elettronico per garantire il contatto permanente tra la punta e il materiale della base.

Viene effettuata un'analisi esterna di tutte le materie prime del platino per garantire che la purezza del materiale soddisfi le specifiche Agilent. Campioni analitici di ciascun lotto di materie prime di Pt e Ni sono conservati per eventuali ispezioni future. Mediante il numero di serie viene fornita la piena tracciabilità per ogni cono finito a partire dalle materie prime e attraverso tutti i processi di fabbricazione, inclusa l'intera catena di custodia.

Infine, tutti i coni sono sottoposti a un'ispezione della qualità al 100% prima della spedizione.



## Metodologia di verifica dei coni di interfaccia

I risultati qui presentati sono basati su test portati a termine nel 2018 presso l'Agilent Spectroscopy Technology and Innovation Centre di Melbourne, Australia. La valutazione si è avvalsa anche del supporto del team di ricerca e sviluppo degli strumenti ICP-MS Agilent di Hachioji, Giappone (Figura 4).

Per tutti i test è stato usato un sistema ICP-MS 7900 in configurazione standard con lente x (Figura 5). I test di qualifica di questo sistema sono stati effettuati utilizzando i test di fabbrica e di installazione standard dello strumento.



**Figura 5.** Per i test delle prestazioni dei coni di campionamento e per skimmer è stato utilizzato un sistema ICP-MS a singolo quadrupolo Agilent 7900.



**Figura 4.** Sedi Agilent a Melbourne, Australia (a sinistra) e Hachioji, Tokyo, Giappone (a destra).

Il confronto si è concentrato sui coni di campionamento e sui coni per skimmer in Ni per il sistema ICP-MS 7900, in quanto questi tipi di coni sono i più comunemente usati per le applicazioni ICP-MS di routine. Tutti i coni di campionamento e per skimmer sono stati testati in coppie provenienti da un unico fornitore. I componenti sono stati procurati da fornitori di tutto il mondo che sono attivi nella fornitura di coni per gli strumenti ICP-MS Agilent. Per assicurarsi che i risultati presentati siano rappresentativi del livello di prestazioni fornito e per verificarne la riproducibilità, sono stati procurati e testati analiticamente più coni per ogni produttore. Inoltre, sono state valutate le tolleranze di fabbricazione per verificare l'effetto che le stesse hanno sulle prestazioni dello strumento. I coni di interfaccia testati in questo confronto sono elencati nella Tabella 1.

**Tabella 1.** Coni di interfaccia testati in questo studio comparativo.

Fornitore	Tipo di cono	Quantità	Numeri di serie
Agilent	Ni, campionamento	5	FE760, FF092, FF068, FF070, FE785
	Ni, skimmer	5	EL568, EV784, FA648, FB975, GE895
Concorrente E	Ni, campionamento	3	85864, 85867, 85868
	Ni, skimmer	3	87640, 87641, 90112
Concorrente G	Ni, campionamento	5	S281859, S281855, S281849, S281854, S281848
	Ni, skimmer	5	S281928, S281931, S281952, S281929, S281934
Concorrente I	Ni, campionamento	3	74537, 74538, 74539
	Ni, skimmer	3	74534, 74535, 74536
Concorrente S	Ni, campionamento	1	Ni72280
	Ni, skimmer	1	Ni71833

Ogni cono è stato inizialmente sottoposto a un'ispezione della qualità alla ricezione e confrontato in termini di imballaggio. Come parte dell'ispezione della qualità, il peso e le dimensioni fondamentali di ogni cono sono state misurate e confrontate con quelle dei coni originali Agilent.

Coppie di coni di interfaccia sono state testate sul sistema ICP-MS 7900 e i risultati sono stati confrontati con i criteri prestazionali pubblicati e riportati nella Tabella 2. Le condizioni strumentali utilizzate per i test delle prestazioni sono riportate nella Tabella 3.

**Tabella 2.** Criteri prestazionali del test e specifiche per il sistema ICP-MS 7900 utilizzati come termine di paragone per le coppie di coni di interfaccia.

Specificata (unità)	Elemento (m/z)	7900, specifiche di fabbrica	7900, prestazioni tipiche
Sensibilità (Mcps/ppm)	Li (7)	>55	>140
	Co (59)	-	>400
	Y (89)	>320	>600
	In (115)	-	>700
	Tl (205)	>250	>520
	U (238)	-	>720
Fondo (cps)	(9)	<1	<0,3
Limite di rivelabilità (ppt)	Be (9)	<0,2	<0,05
	In (115)	<0,05	<0,02
	Bi (209)	<0,08	<0,02
Rapporto di ossidi (%)	(156/140)	<1,5	<1,8
Rapporto ioni a doppia carica (%)	(70/140)	<3	<2,5
Stabilità a breve termine [20 minuti] (RSD%)	Li (7), Y (89), Tl (205)	<2,0	<1,0
Stabilità a lungo termine [2 ore] (RSD%)	Li (7), Y (89), Tl (205)	<3,0	<1,2

**Tabella 3.** Condizioni strumentali utilizzate per testare i coni di interfaccia in Ni sul sistema ICP-MS Agilent 7900 con lente x.

	Sensibilità	Sensibilità - Profilo del rapporto di ossidi	Fondo	Stabilità del segnale a breve termine	Stabilità del segnale a lungo termine
Condizione preimpostata del plasma	Low matrix	n/d	Low matrix	Low matrix	Low matrix
modalità ORS	No gas	n/d	No gas	No gas	No gas
Tuning lenti ioniche	Autotune	n/d	Autotune	Autotune	Autotune
Soluzione	Soluzione di tuning: 1 ppb codice 5185-5959	Soluzione di tuning: 1 ppb codice 5185-5959	Acqua ultra pura	Soluzione di tuning: 1 ppb codice 5185-5959	Soluzione di tuning: 1 ppb codice 5185-5959
Misurazione della massa	<sup>7</sup> Li, <sup>59</sup> Co, <sup>89</sup> Y, <sup>115</sup> In, <sup>140</sup> Ce, <sup>205</sup> Tl, <sup>238</sup> U, <sup>70</sup> Ce <sup>++</sup> , <sup>156</sup> CeO	<sup>140</sup> Ce, <sup>156</sup> CeO	Intero spettro	<sup>7</sup> Li, <sup>9</sup> Fondo, <sup>59</sup> Co, <sup>89</sup> Y, <sup>140</sup> Ce, <sup>205</sup> Tl	<sup>7</sup> Li, <sup>9</sup> Fondo, <sup>59</sup> Co, <sup>89</sup> Y, <sup>140</sup> Ce, <sup>205</sup> Tl
Metodo	Signal monitor tune report	Plasma correction	SemiQuant analysis	Lotto - 20 minuti	Lotto - 2 ore

I coni sono stati per prima cosa testati non appena estratti dalla confezione e quindi testati nuovamente dopo essere stati condizionati mediante la procedura raccomandata per i laboratori ambientali con campioni con carico di matrice elevato. La Tabella 4 riporta la procedura di condizionamento utilizzata.

**Tabella 4.** Procedura di condizionamento del cono.

Fase	Soluzione	Condizioni	Tempo
1	Soluzione A di controllo delle interferenze 6020 (codice 5188-6526) al 10% (v/v) diluita in acqua ultra pura	Modalità preimpostata del plasma "General Purpose"	30 minuti
2	Lavaggio con HNO <sub>3</sub> al 5% (v/v)		10 minuti

## Risultati e discussione

### Imballaggio

L'imballaggio dei coni Agilent è progettato in modo da fornire un'eccellente protezione durante la spedizione (Figura 6). Questo imballaggio presenta inserti in schiuma su misura che evitano lo spostamento ed eliminano qualsiasi contatto con la delicata punta del cono. Viene utilizzato un involucro in cartone biodegradabile con coperchio integrato, fissato con chiusura magnetica e ulteriormente protetto durante il trasporto con un sigillo antimanomissione Agilent. Questo design:

- consente un'etichettatura chiara ed evidente, consentendo all'utilizzatore di identificare facilmente il tipo di cono in base al codice, alla descrizione e al numero di serie stampato sull'etichetta;
- consente di rimuovere facilmente i coni dalla confezione, riducendo il rischio che i coni rimangano impigliati nel materiale di imballaggio, danneggiandosi, o cadano accidentalmente durante l'estrazione;
- consente di conservare i coni usati in modo sicuro e continuativo;
- riduce il rischio di danneggiamento dei coni offrendo una maggiore protezione durante il trasporto ed evitando il rotolamento del pacchetto.

Nel pacchetto è incluso un sacchetto di essiccante di silice, mantenuto fisicamente separato dalla superficie del cono, in modo da prevenire eventuali danni dovuti all'umidità durante il trasporto/la conservazione (aspetto di maggiore importanza in ambienti umidi).

Nel pacchetto sono inoltre incluse le istruzioni relative alle procedure raccomandate di manipolazione e condizionamento per una rapida consultazione.

L'imballaggio utilizzato dai coni del concorrente G è basato su un design simile, incluso il sacchetto di essiccante, e offre molti vantaggi simili (Figura 7). Il design dell'imballaggio del concorrente G presenta un vassoio estraibile riutilizzabile; tuttavia, non è presente alcun sigillo antimanomissione. Inoltre non è fornita alcuna istruzione di manipolazione/condizionamento.



**Figura 6.** L'imballaggio dei coni di campionamento (in alto) e per skimmer (in basso) Agilent garantisce un'eccellente protezione durante la spedizione.



**Figura 7.** L'imballaggio utilizzato per i coni di campionamento (in basso a destra) e per skimmer (in basso a sinistra) del concorrente G offre una protezione simile per la spedizione.

L'imballaggio utilizzato per i coni del concorrente E è basato su un contenitore cilindrico in plastica con inserti in schiuma (Figura 8). Questa forma rende più difficile lo stoccaggio in quanto i pacchetti non possono essere impilati su un ripiano come avviene per una normale scatola rettangolare. Inoltre presenta un maggiore rischio di caduta e rotolamento durante la spedizione. Il contenitore cilindrico in plastica è confezionato in una scatola di cartone esterna, presumibilmente per ovviare a questo inconveniente, ma nel contempo con l'aggiunta di materiale di imballaggio e la conseguente generazione di una maggiore quantità di rifiuti. Inoltre, il pacchetto non contiene alcun sacchetto di essiccante né alcuna istruzione di manipolazione/condizionamento.



**Figura 8.** Imballaggio utilizzato per i coni di campionamento (in basso a sinistra) e per skimmer (in basso a destra) del concorrente E, basato su un contenitore cilindrico in plastica.

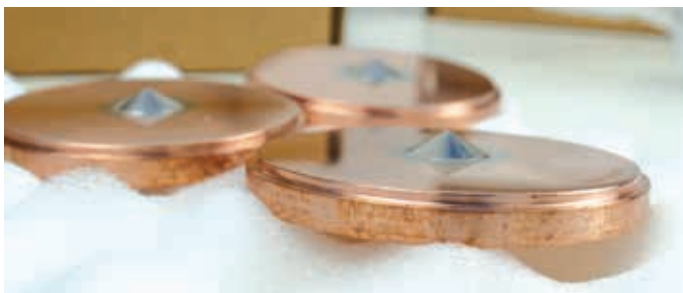
L'imballaggio utilizzato per i coni del concorrente I e del concorrente S sono simili tra loro e utilizzano una scatola in cartone rettangolare per il cono di campionamento e un contenitore cilindrico in plastica per il cono per skimmer. La scatola del cono di campionamento non è dotata di un inserto in schiuma su misura e pertanto il cono è libero di muoversi all'interno del pacchetto di maggiori dimensioni (Figura 9). La schiuma è direttamente a contatto con la punta. Ciò aumenta il rischio di danneggiamento del cono di campionamento durante il trasporto, offrendo una minore protezione in caso di manipolazione poco attenta.



**Figura 9.** Il cono di campionamento è imballato con ampia possibilità di movimento nell'inserto in schiuma del pacchetto in cartone dei concorrenti I ed S, il che significa che il cono può riportare danni in caso di manipolazione poco attenta.

Non viene utilizzato alcun sigillo antimanomissione e non è incluso alcun essiccante. La Figura 10 mostra come i coni di campionamento siano soggetti a danneggiamento dovuto all'umidità prima della consegna.

Di nuovo, come per gli altri coni non forniti da Agilent, con il pacchetto non è fornita alcuna istruzione di manipolazione/condizionamento.



**Figura 10.** Danni dovuti all'umidità sui coni di campionamento del concorrente I.

## Ispezione della qualità dei coni di interfaccia alla ricezione

### Marcatura

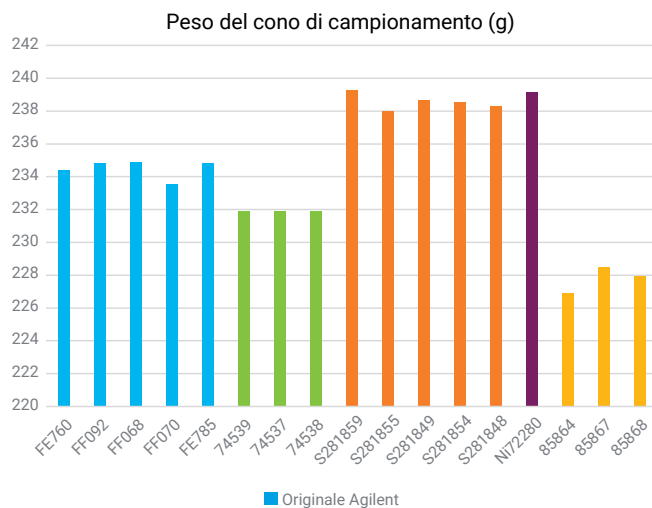
I coni Agilent sono marcati con il marchio Agilent, presentano l'indicazione del tipo di materiale (N = punta in Ni, P = punta in Pt) ed è inoltre indicato il codice per facilitare l'identificazione e l'ordine di nuovi esemplari. È anche riportato un numero di serie che garantisce la piena tracciabilità fino alla data di fabbricazione e ai lotti di materiale usati (Figure 1 e 2). Tutti i coni sono sottoposti a un'ispezione per la qualità al 100% prima della spedizione.

In generale, i coni di altri fornitori seguono convenzioni di marcatura simili, inclusi il nome del produttore, il codice e il numero di serie, a eccezione per i concorrenti I ed S che non forniscono alcuna identificazione del produttore.

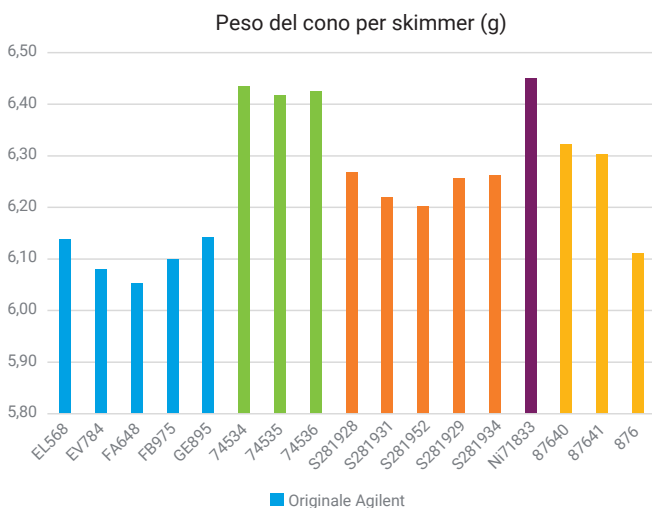
### Peso e dimensioni

Alla ricezione, ognuno dei coni è stato pesato con una bilancia analitica calibrata a quattro cifre decimali. Il peso sia del cono di campionamento sia di quello per skimmer sono diversi a seconda del produttore, il che indica che i metodi di fabbricazione sono differenti (Figure 11 e 12). Si osserva che tutti i coni non forniti da Agilent non rientrano nell'intervallo di peso dei coni originali Agilent. Pertanto, esiste la forte possibilità che i coni non forniti da Agilent funzionino a temperature differenti nell'ambiente del plasma, il che comporta differenze nelle prestazioni e nella durata.

Le dimensioni degli orifizi di tutti i coni sono state misurate al microscopio con un reticolo calibrato e confrontate con quelle dei coni originali Agilent. Tra i coni di campionamento, due dei tre coni forniti dal concorrente I e uno dei cinque coni



**Figura 11.** Confronto di peso tra i coni di campionamento alla ricezione.



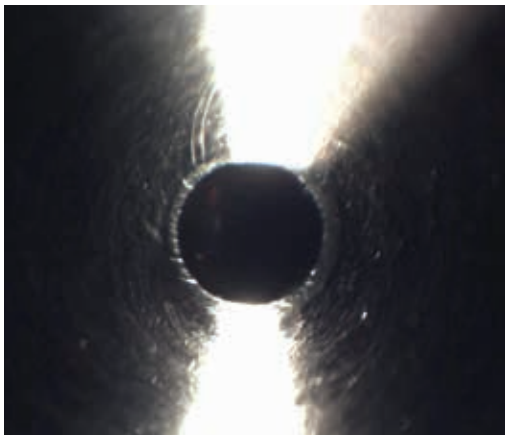
**Figura 12.** Confronto di peso tra i coni per skimmer alla ricezione.

forniti dal concorrente G non hanno superato il test per via di orifizi sottodimensionati. È prevedibile che i coni di campionamento con l'orifizio sottodimensionato abbiano una minore sensibilità. Le dimensioni e le tolleranze relative all'orifizio del cono per skimmer sono ancora più critiche per le prestazioni del sistema ICP-MS. Tra i coni per skimmer, due dei coni forniti dal concorrente G e tutti i coni per skimmer forniti dai concorrenti I, E ed S erano sottodimensionati. Di nuovo, è prevedibile che questo sottodimensionamento riduca la sensibilità, oltre a rendere i coni maggiormente soggetti a ostruzioni, con conseguente instabilità.

Il diametro della punta sulla faccia posteriore del cono di campionamento è significativamente maggiore per tutti i coni che non sono originali Agilent. Ciò indica che durante la fabbricazione sono stati utilizzati una geometria della punta e un metodo di produzione differenti. Sui coni di campionamento non originali, il diametro della punta è identico sulla faccia anteriore e su quella posteriore, a indicare che la punta è fabbricata a partire da un cilindro che viene inserito direttamente in un foro circolare nella base in rame (Cu). I coni originali Agilent presentano un bordo nella base contro cui appoggia la punta, per garantire un posizionamento e un fissaggio più sicuri.

Uno dei coni per skimmer del concorrente S (Ni71833) aveva un diametro del filetto che non rientrava nella tolleranza, per cui non è stato possibile montarlo sulla base per skimmer del sistema ICP-MS 7900. Pertanto in questo studio non è stato possibile installare e testare i coni di campionamento e per skimmer del concorrente S come coppia.

La finitura superficiale in corrispondenza della punta dei coni è risultata in generale confrontabile tra i coni di tutti i produttori. Costituiscono un'eccezione i coni del concorrente I, che presentavano una finitura più grossolana e graffi superficiali chiaramente visibili (Figura 13).



**Figura 13.** Microfotografia del cono di campionamento prodotto dal concorrente I (numero di serie 74537). Si osserva una finitura grossolana con graffi evidenti.

È prevedibile che queste differenze nella fabbricazione e nella finitura dei coni della concorrenza rispetto ai coni originali Agilent abbiano effetti negativi sulle prestazioni analitiche. Queste differenze possono anche richiedere una manutenzione/pulizia più frequente dei coni.

## Sensibilità

Un indicatore fondamentale delle prestazioni di un sistema ICP-MS è la sensibilità, che viene comunemente definita come il numero di conteggi al secondo (cps) per l'impulso rilevato in corrispondenza dell'elettromoltiplicatore. La sensibilità dipende molto dai coni di interfaccia a causa della loro capacità di campionare gli ioni dell'analita dalla sorgente di plasma e di trasmetterli attraverso la regione di interfaccia. Questo parametro dovrebbe essere verificato di routine utilizzando la funzione di report delle prestazioni nell'ambito della sequenza di accensione di avvio di routine.

Coppie di coni di interfaccia sono state testate sia appena rimosse dalla confezione sia dopo la procedura di condizionamento delineata nella Tabella 4. Sono state utilizzate condizioni preimpostate del plasma in modalità low matrix e autotuning in modalità no gas.

Le prestazioni medie per la coppia cono di campionamento-cono per skimmer di ciascun produttore sono mostrate nella Figura 14.



**Figura 14.** Confronto di sensibilità del sistema ICP-MS 7900 testato con le coppie cono di campionamento-cono per skimmer di ognuno dei produttori.

È evidente che, appena estratti dalla confezione, i coni di interfaccia originali Agilent offrono una sensibilità superiore nell'intero intervallo di massa. I coni del concorrente G danno una minore sensibilità nell'intero intervallo di massa, sia prima sia dopo il condizionamento. I coni del concorrente I hanno mostrato una sensibilità estremamente bassa e le loro prestazioni sono inaccettabili per molte analisi. La sensibilità migliora dopo il condizionamento, ma i coni del concorrente I presentano comunque una bassa sensibilità per valori di massa intermedi. Appena estratti dalla confezione i coni del concorrente E presentano scarse prestazioni di sensibilità per valori di massa intermedi e questa bassa sensibilità non migliora con il condizionamento.

Il test della sensibilità è stato quindi ripetuto utilizzando il gas di collisione ORS (modalità elio) e di nuovo con la diluizione dell'aerosol mediante UHMI con l'impostazione HMI-4 del plasma (senza gas nella cella ORS). Simili problemi di prestazioni sono stati riscontrati per ognuno dei produttori terzi.

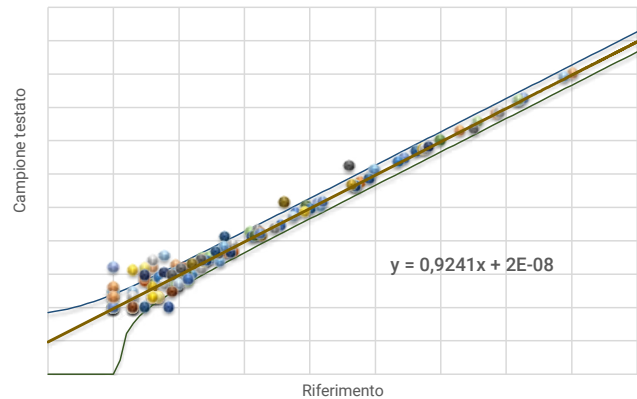
#### Fondo e concentrazione equivalente al fondo (BEC)

Per ottenere i più bassi limiti di rivelabilità con la tecnica ICP-MS è necessario avere sia una buona sensibilità sia un fondo ridotto.

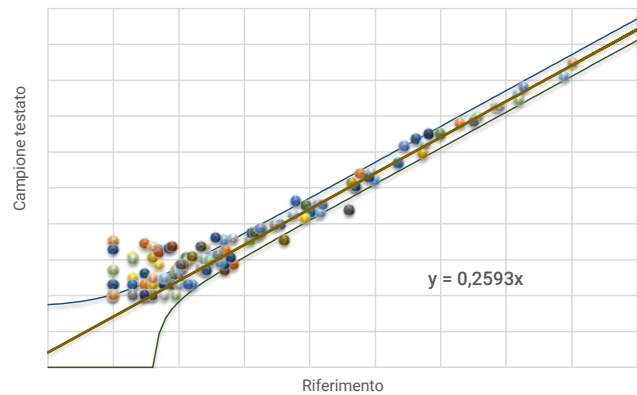
Per valutare il contributo dei coni di interfaccia al segnale di fondo, è stata effettuata una scansione dell'intero intervallo di massa utilizzando lo stesso sistema di introduzione del campione (cambiando soltanto i coni) e acqua ultra pura in camera bianca. I coni sono stati preconditionati e puliti mediante ultrasuoni in acqua ultra pura per 20 minuti prima del test. Il valore di cps del fondo è stato misurato negli intervalli tra i set di coni di ogni produttore nel minor tempo possibile.

I seguenti diagrammi di dispersione mostrano la correlazione tra il segnale di fondo (cps) per i coni prodotti da terzi (campione testato, asse Y) e un set di coni originali Agilent (riferimento, asse X) nell'intero intervallo di massa (Figura 15). Sono stati effettuati confronti in modalità no gas, utilizzando il gas di collisione ORS (modalità elio) e la diluizione dell'aerosol mediante UHMI con l'impostazione HMI-4 del plasma. Nella Figura 15 sono mostrati soltanto i risultati relativi alla modalità no gas. In caso di perfetta correlazione si avrebbe una linea retta di equazione  $y = x$  e nessuna deviazione nell'intero intervallo di massa. Con deviazione tipica tutti i punti cadrebbero tra le linee di delimitazione superiore e inferiore. Per tutti i coni prodotti da terzi, in tutte le condizioni testate ci sono numerosi punti che cadono al di fuori di tali limiti. In particolare, i coni del concorrente I hanno mostrato una correlazione molto scarsa ( $y = 0,2593x$ ), dovuta alle loro basse prestazioni di sensibilità.

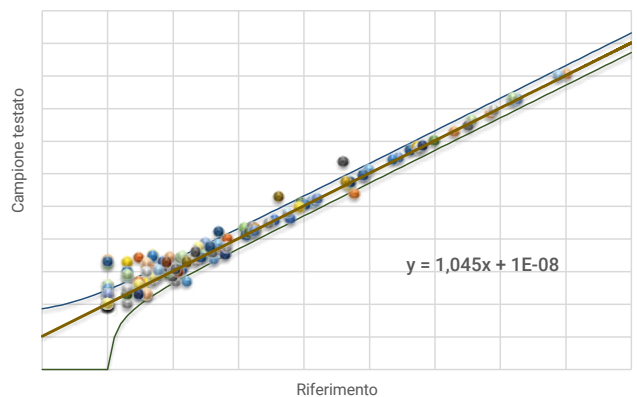
Analisi dei diagrammi di dispersione in full scan  
Concorrente G in modalità no gas



Analisi dei diagrammi di dispersione in full scan  
Concorrente I in modalità no gas



Analisi dei diagrammi di dispersione in full scan  
Concorrente E in modalità no gas



**Figura 15.** Diagrammi di dispersione che evidenziano la correlazione tra il segnale di fondo (cps) per i coni prodotti da terzi (campione testato, asse Y) e un set di coni originali Agilent (riferimento, asse X) nell'intero intervallo di massa.

Il segnale di fondo in corrispondenza di  $m/z$  9 è stato monitorato durante tutto il test delle prestazioni e confrontato con le più rigide specifiche di fabbrica di Agilent, ma non è stata rilevata alcuna deviazione significativa per i coni di alcuno dei produttori.

Infine è stato effettuato un breve studio degli effetti dei coni sulla concentrazione equivalente al fondo (BEC). La Tabella 5 riassume i risultati, che sono normalizzati rispetto al risultato di BEC per i coni originali Agilent ottenuto nello stesso periodo. I risultati evidenziati in grigio superano di oltre il 20% i risultati ottenuti per i coni originali Agilent (questa differenza è considerata significativa e comporta un deterioramento delle prestazioni analitiche del sistema ICP-MS). Il colore verde indica le masse inferiori di oltre il 20% rispetto ai risultati ottenuti per i coni originali Agilent. Nonostante questo aspetto positivo, si può concludere che qualsiasi vantaggio è annullato dall'aumento del valore di BEC rilevato per altre masse con lo stesso set di coni.

#### Limiti di rivelabilità

L'effetto della sensibilità dei coni di interfaccia e del segnale di fondo è stato ulteriormente valutato determinando i limiti di rivelabilità per l'intervallo di massa (utilizzando  $^9\text{Be}$ ,  $^{115}\text{In}$  e  $^{209}\text{Bi}$ ). Inoltre sono stati determinati i limiti di rivelabilità per il contributo di Ni e Cu presenti nei materiali della base del cono (utilizzando  $^{60}\text{Ni}$  e  $^{63}\text{Cu}$ ).

Il sistema ICP-MS 7900 è stato prima calibrato utilizzando un bianco di  $\text{HNO}_3$  1% v/v (Suprapur, Merck Pty Ltd., Australia) e uno standard 1  $\mu\text{g/L}$  (ppb). I limiti di rivelabilità sono stati determinati considerando tre volte la deviazione standard per 10 misurazioni replicate del bianco. In tutti i casi, per ognuno dei produttori è stata scelta per lo studio il set di coni che ha dato le migliori prestazioni. I coni sono stati preventivamente puliti a ultrasuoni in acqua ultra pura per 20 minuti. Prima di effettuare le analisi è stato effettuato un riscaldamento prolungato dello strumento di 45 minuti.

La Figura 16 riassume i risultati relativi ai limiti di rivelabilità, che sono normalizzati rispetto ai risultati per i coni originali Agilent ottenuti nello stesso periodo. Un miglioramento del limite di rivelabilità (inferiore) è indicato da un risultato  $<1$ .

Come mostrato nella Figura 16, i coni del concorrente G hanno mostrato un limite di rivelabilità significativamente superiore (peggiore) nell'intervallo di massa intermedio ( $^{115}\text{In}$ ). Gli stessi hanno inoltre mostrato un lieve aumento per massa elevata ( $^{209}\text{Bi}$ ) e per il Ni, che è il materiale base dello skimmer e della

**Tabella 5.** Concentrazione equivalente al fondo (BEC) determinata per i coni di ognuno dei produttori nell'intero intervallo di massa (concentrazione normalizzata rispetto al valore di riferimento per il cono originale Agilent).

Massa	Nome	Concorrente G	Concorrente E	Concorrente I
7	Li	1,1740	1,7471	—
9	Be	2,1383	1,7971	—
23	Na	1,8763	1,7004	1,7128
24	Mg	1,0350	0,9837	0,8802
27	Al	1,0322	1,0230	0,9364
39	K	1,1564	1,1084	1,0536
44	Ca	3,5708	3,9186	0,7141
51	V	1,4586	0,6661	—
52	Cr	1,0116	0,9234	0,9344
55	Mn	1,0250	1,3180	1,0204
56	Fe	0,9816	1,1833	0,4831
59	Co	1,4884	1,4174	0,7862
60	Ni	1,7184	1,2422	3,0303
63	Cu	1,0855	0,9755	1,1463
66	Zn	1,0037	1,0443	0,9426
71	Ga	1,1223	1,8291	2,2412
75	As	0,8906	0,6532	0,6132
82	Se	1,0162	1,0415	1,2694
83	[Se]	3,1509	—	—
85	Rb	1,3184	0,9593	1,0268
88	Sr	0,9943	0,6664	0,9866
95	Mo	1,2506	0,5000	—
107	Ag	0,9262	0,6766	0,9412
111	Cd	1,1390	1,9517	—
115	In	1,3678	1,0808	0,7170
123	Sb	—	0,8846	—
133	Cs	1,2488	0,7112	1,8327
137	Ba	0,4437	1,5211	—
201	Hg	9,4524	2,7130	2,2551
205	Tl	1,4042	1,3483	1,4804
206	[Pb]	1,0154	1,1641	1,1523
207	[Pb]	0,8583	0,9008	0,6206
208	Pb	1,0489	1,0464	1,0682
209	Bi	3,4131	1,5751	31,1312
232	Th	1,1391	1,0671	5,2316
238	U	0,5719	0,5399	—

punta dei coni di campionamento. I coni del concorrente I hanno limiti di rivelabilità molto più alti nell'intero intervallo di massa e anche per  $^{60}\text{Ni}$  e  $^{63}\text{Cu}$ , dovuti alla loro minore sensibilità. I coni del concorrente E hanno limiti di rivelabilità simili per  $^{60}\text{Ni}$  e  $^{63}\text{Cu}$ , ma mostrano limiti di rivelabilità significativamente superiori sia per gli elementi di massa intermedia sia per quelli di massa elevata ( $^{115}\text{In}$ ,  $^{209}\text{Bi}$ ).

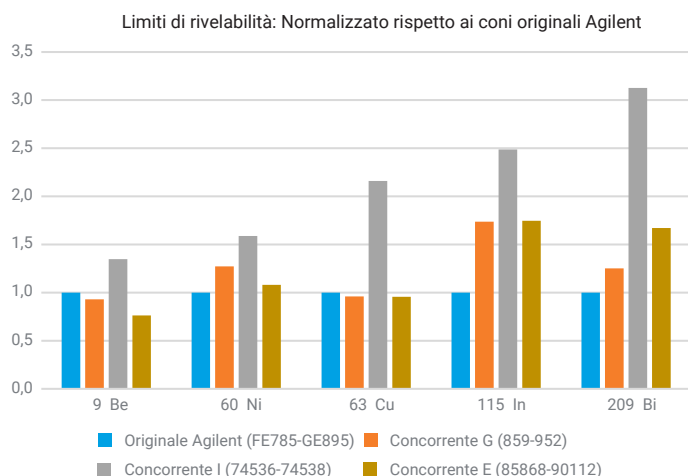
### Rapporto di ossidi e di ioni a doppia carica

Gli ioni poliatomici sono la fonte principale di interferenze spettrali in ICP-MS. Il livello di interferenze poliatomiche può essere monitorato utilizzando la produzione di ioni ossido refrattari di specifici elementi. Il cerio (Ce) è un elemento comunemente usato a questo scopo in quanto forma un forte legame ossido e pertanto ha uno dei maggiori tassi di formazione di ossidi. L'efficienza di decomposizione M-O è tipicamente espressa come % di  $\text{MO}^+$  rispetto allo ione  $\text{M}^+$  (ad esempio, rapporto di ossidi  $\text{CeO}^+/\text{Ce}^+$ ). Uno strumento che può essere ottimizzato a un basso livello di  $\text{CeO}/\text{Ce}$  produce meno interferenze dovute alla matrice, quindi non è richiesta un'ottimizzazione altamente specifica delle condizioni delle celle di collisione/reazione per ottenere una rimozione efficace delle interferenze, migliorando in modo significativo l'integrità dei dati.

Un'altra misura delle interferenze in ICP-MS è data dal rapporto degli ioni a doppia carica. Le specie a doppia carica risultano da ioni creati dalla perdita di due elettroni anziché solo uno. Poiché il quadrupolo separa gli ioni in base a  $m/z$ , uno ione a doppia carica ( $\text{M}^{2+}$ ) appare in corrispondenza della massa  $m/2$ . Un esempio di interferenza da parte di ioni a doppia carica è dato dalla sovrapposizione tra  $^{136}\text{Ba}^{2+}$  e  $^{68}\text{Zn}^+$ .

Le coppie di coni di interfaccia hanno prodotto rapporti di ossidi ( $\text{CeO}/\text{Ce}$ ) simili dopo le procedure di avvio dello strumento e l'autotuning con condizioni del plasma in modalità low matrix. Due coppie di coni di interfaccia del concorrente I hanno oltrepassato la specifica per gli ossidi ( $\text{CeO}/\text{Ce} < 1,5\%$ ) in autotuning con condizioni del plasma in modalità low matrix (Tabella 6).

Nessun cono ha oltrepassato la specifica per il rapporto di ioni a doppia carica ( $\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}^+ < 3,0\%$ ) in autotuning con condizioni del plasma in modalità low matrix.



**Figura 16.** Limiti di rivelabilità ottenuti per i coni di terzi rispetto a un set di coni originali Agilent nell'intero intervallo di massa.

**Tabella 6.** Coppie di Coni di interfaccia che non rispettano le specifiche del rapporto di ossidi dopo il condizionamento.

Produttore	Concorrente I	
Numero di serie	74536-74538	74534-74539
Rapporto CeO/Ce	1,628%	1,580%

## Stabilità

Per ottenere risultati uniformi e ridurre la necessità di ripetere la calibrazione o la misurazione dei campioni, il sistema ICP-MS deve fornire buoni valori di stabilità a breve e a lungo termine. I coni di interfaccia possono avere effetti positivi o negativi sulla stabilità dello strumento per via della deposizione di matrice sulla punta e sulla faccia dei coni. Nei casi peggiori, la deposizione può modificare la dimensione o la forma degli orifizi attraverso cui gli ioni sono estratti, con effetti sulla sensibilità. Inoltre, l'instabilità termica o una temperatura di funzionamento non corretta in corrispondenza della punta del cono producono una deriva del segnale nel tempo.

La stabilità a breve termine del segnale è stata valutata in un periodo di 20 minuti monitorando le masse degli analiti specificati nella Tabella 2. Per soddisfare le specifiche prestazionali di Agilent, il risultato dovrebbe essere <2% RSD su una durata del test di 20 minuti. Tutti i coni sono stati testati alla ricezione, appena estratti dalla confezione.

I risultati per la stabilità a breve termine sono riportati nella Tabella 7 e sono stati normalizzati rispetto alla specifica Agilent. Tutti i coni che non soddisfano questa specifica (cioè risultato >1,00) sono evidenziati in rosso. Non è stato osservato alcun caso di fallimento del test con i coni originali Agilent, mentre uno dei tre set di coni prodotti dal concorrente E non ha superato il test per quasi tutti i valori di massa. I coni del concorrente G hanno mostrato scarsa stabilità per il litio per due coni su cinque. I coni del concorrente I hanno fallito il test nel caso di tutti i tre set di coni testati.

È stata anche valutata la stabilità a lungo termine del segnale in un periodo di due ore per tutti i coni, dopo condizionamento dei coni mediante la procedura descritta precedentemente (Tabella 4). Il condizionamento dei nuovi coni si basa sull'assunto che la deriva iniziale dello strumento viene ridotta mediante la deposizione di uno strato sottile di matrice del campione sulla superficie del cono pulito. Lo scopo è creare uno strato di matrice sulle facce dei coni che rimanga stabile durante l'analisi e si accresca solo lentamente nel tempo. Quando le prestazioni analitiche risultano compromesse, è necessario effettuare la pulizia dei coni per rimuovere l'eccesso di deposito di matrice.

I risultati per la stabilità a lungo termine per i coni preconizionati sono riportati nella Tabella 8 e sono stati normalizzati rispetto alla specifica Agilent. Tutti i coni che non soddisfano questa specifica (cioè risultato >1,00) sono evidenziati in rosso. Le masse leggere sono le più problematiche per la stabilità a lungo termine; in questo studio, il litio è stato il primo elemento per cui la specifica non è stata rispettata. Un set di coni del concorrente E e un set di coni originali Agilent non hanno soddisfatto la specifica solo per il <sup>7</sup>Li. Un set di coni del concorrente I ha mostrato scarsa stabilità in tutto l'intervallo di massa, mentre altri due set di coni hanno mostrato una lieve instabilità solo per il <sup>7</sup>Li. Per la maggior parte dei coni testati, il preconizionamento ha aiutato a migliorare la stabilità a lungo termine. Tuttavia la stabilità dei coni del concorrente G è risultata significativamente peggiore con il preconizionamento. Una deriva significativa dello strumento è stata osservata per tre dei cinque set di coni testati.

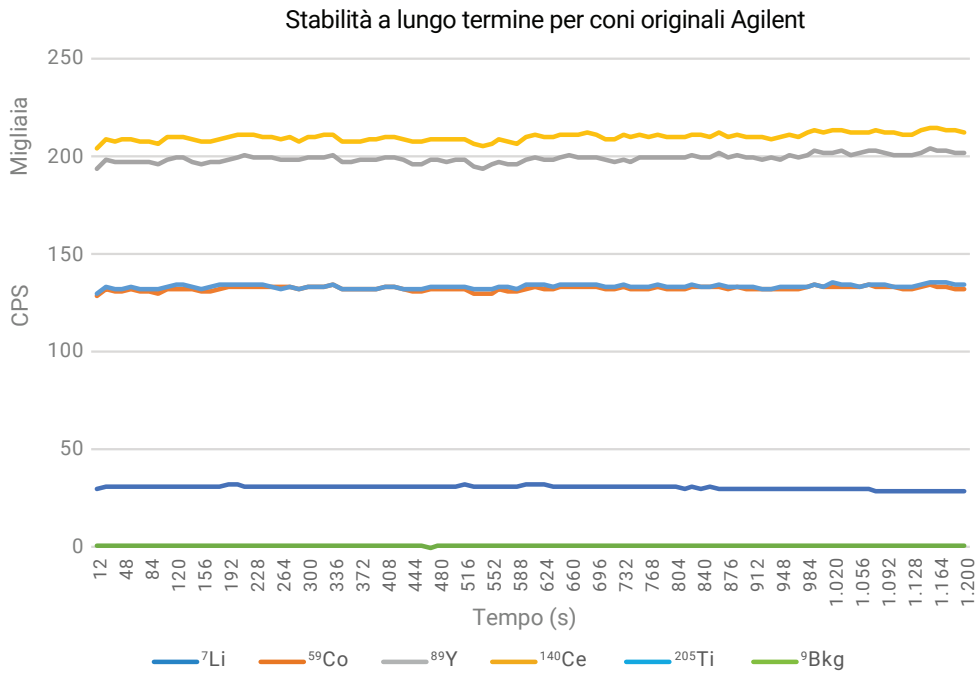
Esempi di stabilità a lungo termine per i coni Agilent e del concorrente G sono mostrati nelle Figure 17 e 18. È evidente che i coni del concorrente G mostrano scarsa stabilità a lungo termine, con una deriva discendente della sensibilità nel corso di un periodo di due ore (Figura 18). È stato osservato che i coni del concorrente G erano stati condizionati eccessivamente e necessitavano di essere puliti per riguadagnare prestazioni accettabili. Una volta effettuata la pulizia è stato possibile ottenere una stabilità al lungo termine accettabile per i coni del concorrente G. Questa variazione tra il comportamento osservato con i coni originali Agilent potrebbe indicare che i coni del concorrente G hanno una temperatura operativa inferiore. Di conseguenza, è prevedibile che i coni del concorrente G subiscano un maggiore accumulo di matrice, che influenza le prestazioni in tempi più brevi e richiede interventi di manutenzione e pulizia più frequenti. Ciò può anche comportare una minore durata del cono.

**Tabella 7.** Stabilità a breve termine (RSD % su un periodo di 20 minuti) per i coni di ciascun produttore, misurati appena estratti dalla confezione. I risultati sono normalizzati rispetto alla specifica Agilent.

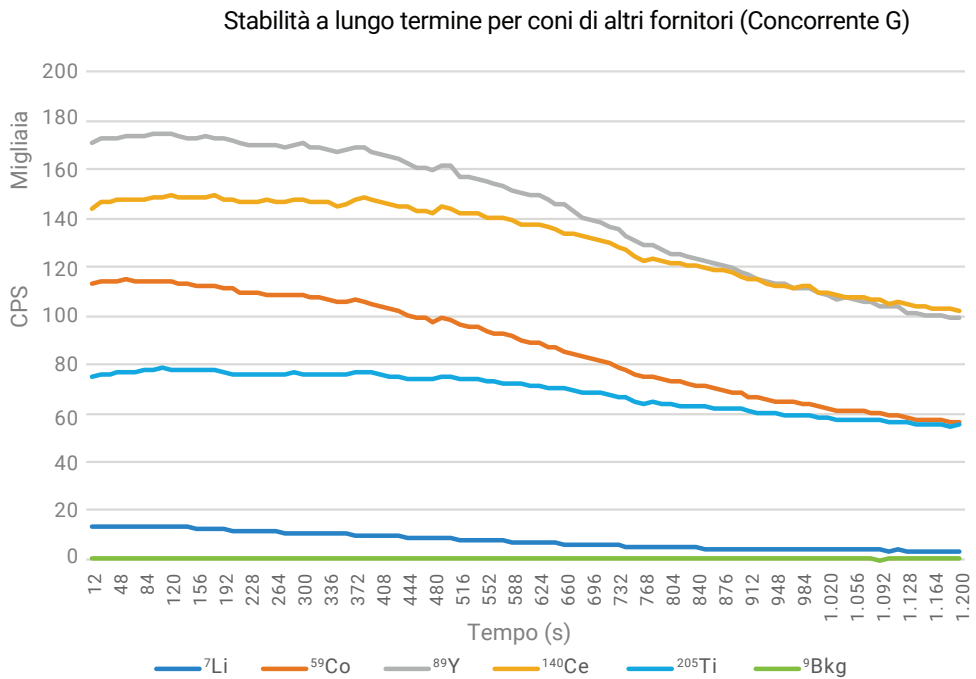
Produttore	Numeri di serie dei coni	<sup>7</sup> Li	<sup>59</sup> Co	<sup>89</sup> Y	<sup>115</sup> In	<sup>140</sup> Ce	<sup>205</sup> Tl	<sup>238</sup> U
Agilent	FF070, EV784	0,75	0,18	0,17	0,15	0,20	0,17	0,28
Agilent	FF068, EL568	0,46	0,48	0,53	0,51	0,38	0,50	0,57
Agilent	FE785, GE895	0,78	0,41	0,37	0,31	0,25	0,31	0,25
Concorrente E	85868, 90112	0,65	0,30	0,45	0,45	0,50	0,50	0,55
Concorrente E	85864, 87640	1,05	1,35	1,45	1,30	1,35	1,15	1,00
Concorrente E	85867, 87641	0,45	0,30	0,35	0,25	0,45	0,60	0,55
Concorrente G	S281854, S281934	0,85	0,25	0,24	0,24	0,26	0,29	0,26
Concorrente G	S281849, S281931	1,26	0,34	0,25	0,30	0,37	0,26	0,26
Concorrente G	S281848, S281929	1,23	0,54	0,51	0,50	0,52	0,48	0,51
Concorrente G	S281859, S281952	0,59	0,15	0,16	0,15	0,17	0,18	0,21
Concorrente G	S281855, S281928	0,82	0,26	0,43	0,45	0,50	0,65	0,53
Concorrente I	74537, 74535	1,58	1,75	1,71	1,63	1,24	1,29	1,13
Concorrente I	74536, 74538	1,80	2,08	1,97	1,93	1,77	1,62	1,53
Concorrente I	74534, 74539	1,04	0,85	0,85	0,90	0,84	0,83	0,97

**Tabella 8.** Stabilità a lungo termine (RSD % su un periodo di 2 ore) per i coni di ciascun produttore, misurati dopo il preconditionamento. I risultati sono normalizzati rispetto alla specifica Agilent.

Produttore	Numeri di serie dei coni	<sup>7</sup> Li	<sup>59</sup> Co	<sup>89</sup> Y	<sup>140</sup> Ce	<sup>205</sup> Tl
Agilent	FE760, FB975	0,29	0,47	0,53	0,49	0,80
Agilent	FF092, FA648	3,14	0,54	0,21	0,34	0,42
Agilent	FF068, EL568	0,96	0,24	0,33	0,32	0,24
Concorrente E	85868, 90112	1,30	0,70	0,23	0,20	0,50
Concorrente E	85864, 87640	0,63	0,83	0,83	0,67	0,60
Concorrente E	85867, 87641	0,57	0,83	0,77	0,57	0,47
Concorrente G	S281854, S281934	6,60	3,19	2,40	2,16	2,45
Concorrente G	S281849, S281931	15,19	7,74	6,16	4,14	3,82
Concorrente G	S281848, S281929	29,04	9,69	7,26	5,99	6,43
Concorrente G	S281859, S281952	0,65	0,48	0,48	0,35	0,24
Concorrente G	S281855, S281928	0,59	0,54	0,57	0,49	0,31
Concorrente I	74537, 74535	1,76	1,39	1,35	1,02	0,77
Concorrente I	74536, 74538	1,01	0,91	0,94	0,79	0,64
Concorrente I	74534, 74539	1,13	0,81	0,79	0,58	0,52



**Figura 17.** Stabilità a lungo termine (oltre due ore) per coni originali Agilent (numeri di serie FF068, EL568) dopo il preconditionamento.



**Figura 18.** Stabilità a lungo termine (oltre due ore) per coni del concorrente G (numeri di serie S281849, S281931) dopo il preconditionamento.

## Facilità d'uso

I coni di interfaccia Agilent sono progettati per fornire un'immediata facilità d'uso. Agilent è l'unico produttore che include istruzioni di manipolazione e condizionamento che riducono il rischio di danneggiamento accidentale dei coni e aiutano a raggiungere subito ottimi risultati.

L'imballaggio in cartone pressato biodegradabile utilizzato per i coni Agilent è antimanomissione, riutilizzabile ed ecologico. È progettato per proteggere i coni da danni dovuti a una manipolazione poco attenta, specialmente durante la spedizione. Il sacchetto di essiccante inserito offre un'ulteriore protezione dai danni dovuti all'umidità, specialmente in ambienti umidi. È sufficiente verificare l'integrità del sigillo antimanomissione per essere sicuri che i coni siano puliti come quando appena prodotti.

Agilent inoltre utilizza una chiara etichettatura per aiutarti a identificare i tipi di coni, a gestire gli inventari e a ordinare facilmente i coni sostitutivi quando necessario.

È buona prassi conservare l'imballaggio e utilizzarlo per lo stoccaggio prolungato dei coni quando gli stessi non sono utilizzati nello strumento ICP-MS Agilent. Ciò garantisce che i coni abbiano la stessa protezione durante lo stoccaggio. Inoltre, al termine del ciclo vitale del cono, l'imballaggio può essere utilizzato per restituire il cono usato ad Agilent per ottenere un credito per un nuovo ordine nell'ambito del programma di permuta dei coni Agilent Platinum.\*

## Cosa rende i coni Agilent differenti dagli altri?

In questa panoramica è stato presentato un confronto approfondito tra coni di interfaccia (di campionamento e per skimmer) originali Agilent con quelli di diversi fornitori, concentrandosi sugli aspetti che sono fondamentali per le prestazioni analitiche dei sistemi ICP-MS.

I coni forniti da altri produttori hanno mostrato significative differenze di peso rispetto ai coni originali Agilent, il che indica una variazione rispetto al design Agilent. I coni esaminati hanno inoltre mostrato una peggiore finitura delle superfici e differenze per quanto riguarda le misure fondamentali, con conseguente deterioramento delle prestazioni. Nel caso peggiore, un cono non fornito da Agilent non poteva essere montato sulla base per skimmer.

I coni originali Agilent offrono una migliore sensibilità in tutto l'intervallo di massa. Tutti i coni testati non forniti da Agilent hanno mostrato una minore sensibilità sia appena estratti dalla confezione sia dopo il preconditionamento.

I coni originali Agilent hanno inoltre fornito i minori livelli di fondo. Le differenze in full scan nell'analisi del diagramma di dispersione dei conteggi del fondo dello strumento, in combinazione con le perdite di sensibilità, hanno mostrato che i coni non forniti da Agilent deteriorano anche i valori di concentrazione equivalente al fondo (BEC) e i limiti di rivelabilità raggiungibili.

Gli strumenti ICP-MS Agilent utilizzano condizioni preimpostate del plasma e di autotuning per darti condizioni operative robuste e stabilità del segnale per la tolleranza della matrice nelle tue applicazioni. Diversi fattori influenzano la stabilità del segnale risultante dai coni di interfaccia. Sia la stabilità a breve termine sia quella a lungo termine risultano compromesse utilizzando coni non forniti da Agilent, introducendo deriva dello strumento e un aumento del rischio di non superamento del controllo qualità. Ciò comporta costi in termini di tempo e di denaro per via di ripetizioni delle analisi e perdita di produttività. Soltanto i coni originali Agilent sono progettati e accuratamente testati sui sistemi ICP-MS Agilent per garantire sensibilità e stabilità per applicazioni concrete.

I coni rappresentano tipicamente il maggiore costo per prodotti di consumo nel funzionamento di routine dei sistemi ICP-MS. Proteggi il tuo investimento e garantischi la facilità d'uso scegliendo coni originali Agilent. I coni originali Agilent includono linee guida per la manipolazione e il condizionamento. La nostra ispezione per la qualità al 100% e il nostro imballaggio garantiscono che i tuoi coni offrano il livello di prestazioni che gli strumenti ICP-MS a singolo e a triplo quadrupolo Agilent richiedono.

### Risorse supplementari

[Coni di interfaccia in Agilent web store](#)

Pacchetti di manutenzione dei coni

• [Ordine online](#)

• [Modulo di contatto](#)

[Pagina di risorse per ICP-MS](#)

[Video di risoluzione dei problemi per la regione di interfaccia](#)

[Programma di permuta e riciclo per coni in Pt](#)

[Catalogo dei prodotti di consumo per spettroscopia](#)

[Pagina dei prodotti per ICP-MS](#)

\* Per maggiori dettagli consultare [agilent.com/chem/PtCone](http://agilent.com/chem/PtCone) o contattare il proprio rappresentante Agilent locale. Questo programma di permuta è attualmente disponibile in Nord America, EMEA e Giappone. Il programma di permuta è anche disponibile tramite i distributori autorizzati Agilent nelle aree sopra elencate.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Stampato negli Stati Uniti, 21 marzo 2019  
5994-0798ITE

