

# Guida alla manutenzione e alla risoluzione dei problemi per la spettroscopia ad assorbimento atomico

Consigli, suggerimenti e indicazioni utili per l'ottimizzazione degli strumenti ad assorbimento atomico per ottenere prestazioni eccellenti e garantire l'affidabilità e robustezza delle SOP di manutenzione.



## Autore

Eric Vanclay,  
Spectroscopy Supplies  
Product Marketing Manager,  
Agilent Technologies, Australia

## Introduzione

Questo articolo ha come obiettivo di proporre alcuni consigli e suggerimenti pratici che possono aiutarti nella cura e manutenzione degli strumenti ad assorbimento atomico (AA), e a migliorare le tue analisi. Le linee guida fornite sono utili tanto per la risoluzione dei problemi quanto per gli interventi di manutenzione. Alcuni dei suggerimenti potrebbero esserti già noti, ma nell'articolo dovresti trovare almeno qualche consiglio per la manutenzione o linee guida per la risoluzione dei problemi per migliorare le prestazioni degli strumenti e le applicazioni o favorire la facilità d'uso.

Agilent Technologies ha commissionato una ricerca di mercato indipendente tra i responsabili di laboratorio di diversi settori. Obiettivo principale della ricerca era comprendere quali fossero gli aspetti critici e scoprire i motivi di preoccupazione più urgenti per i responsabili di laboratorio. La ricerca è stata condotta da Frost & Sullivan per mezzo di un questionario online della durata di 30 minuti in 4 paesi: Germania, Regno Unito, Stati Uniti e Cina. In tutto hanno risposto al questionario 700 persone, con diversi livelli di esperienza, impiegati presso aziende di svariate dimensioni e che ricoprono ruoli e funzioni primarie distinti.

I responsabili di laboratorio devono far fronte a sfide in gran parte legate alla manutenzione degli strumenti e alla crescente complessità dei requisiti dei test. Poco più della metà dei laboratori tratta 500-1.000 campioni a settimana e il 45% degli intervistati ha dichiarato che esiste l'urgenza di aumentare il numero di campioni oltre la capacità attualmente presente. I principali fattori che frenano la produttività sono il tempo speso nella preparazione del campione, i tempi di inattività degli strumenti dovuti alla manutenzione programmata o ai tempi di fermo non programmati e il trasferimento e la validazione dei metodi su nuovi strumenti. In risposta alla richiesta di indicare le cause principali dei tempi di fermo non programmati, gli intervistati hanno citato problemi di preparazione del campione (78%), guasti degli strumenti (64%) ed errori degli operatori e dei tecnici (45%). È interessante rilevare che, da quanto emerge dalla ricerca, secondo 1 intervistato su 5 lo spazio disponibile in laboratorio è un problema e il 75% ritiene che gli strumenti progettati con un design salva spazio possano aiutare a superare questo ostacolo.

## Lampade a catodo cavo

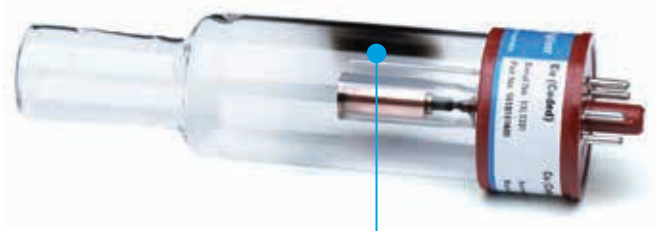
Le lampade a catodo cavo (HC) di Agilent sono disponibili in formato codificato e non codificato. Sulla base delle lampade codificate sono presenti pin extra grazie ai quali lo strumento è in grado di individuare l'elemento per il quale è progettata la lampada. Ciò significa che lo strumento può localizzare e accendere automaticamente la lampada, anche nel caso in cui sia stata collocata in posizione errata nello strumento. Le lampade non codificate sono le più convenienti dal punto di vista dei costi, oltre ad essere compatibili con tutti i sistemi AA di Agilent e con la maggior parte dei sistemi di altri produttori (con l'eccezione di PerkinElmer e Shimadzu). Per migliorare la sensibilità e abbassare i limiti di rivelabilità, Agilent offre anche una gamma di lampade ad alta intensità e a scarica potenziata note come lampade UltrAA, che utilizzano una corrente standard, ma al cui interno viene applicata un'ulteriore scarica potenziata per incrementare l'intensità dell'emissione. La corrente potenziata è erogata da un modulo di controllo secondario (integrato nello strumento oppure esterno). Le lampade UltrAA di Agilent costituiscono una gamma completa di lampade a catodo cavo ad alta intensità con scarica potenziata che possono sostituire le lampade convenzionali per le determinazioni mediante AA. Le lampade UltrAA riducono i limiti di rivelabilità per le più complesse applicazioni AA a fiamma, camera di combustione e vapore e offrono:

- fino al 30% in più di sensibilità rispetto a una normale lampada HC
- intervallo di calibrazione più ampio preservando al contempo la precisione analitica
- maggiore durata, oltre 8.000 mAh di funzionamento
- plug-and-play per un funzionamento più semplice

I sistemi AA Zeeman di Agilent possono essere dotati di modulo di controllo integrato (installato in fabbrica). Sono disponibili aggiornamenti sul campo per altri sistemi AA di Agilent, a garanzia di un'ampia compatibilità. La gamma di lampade ad alta intensità UltrAA è utilizzabile con tutti gli strumenti AA di Agilent. Per ottenere prestazioni superiori ed economicamente convenienti nel caso di applicazioni complesse, scegli le lampade ad alta intensità UltrAA. Le lampade Agilent UltrAA abbassano i limiti di rivelabilità per le applicazioni AA più problematiche.

Agilent offre anche una gamma completa di lampade codificate da 50 mm compatibili con tutti i sistemi AA PerkinElmer. Queste lampade dal funzionamento economico offrono le stesse prestazioni delle lampade PerkinElmer Lumina originali.

Le lampade Agilent offrono numerosi vantaggi a chi utilizza la tecnica di assorbimento atomico. In primo luogo, garantiscono prestazioni ottimali: l'abbinamento tra la composizione proprietaria del catodo e le esclusive procedure di lavorazione della lampada garantisce buoni livelli di intensità e di sensibilità, basso rumore e funzionamento stabile sul lungo termine. In secondo luogo, le lampade sono progettate anche per una durata molto prolungata grazie alla composizione proprietaria del catodo e al riempimento ottimale del gas al loro interno. La durata tipica delle lampade Agilent supera i 5.000 mAh di funzionamento, cosa che riduce il costo operativo e il fermo macchina dovuto ai guasti della lampada. Il terzo vantaggio è la migliore stabilità: le lampade Agilent sono precondizionate per essere pronte immediatamente all'uso. Ciò si traduce in un aumento della produttività e in prestazioni ottimali dello strumento senza necessità di procedere al condizionamento iniziale della lampada. Le lampade Agilent, inoltre, sono progettate per offrire una migliore purezza spettrale. Come mostrato in Figura 1, le lampade Agilent possiedono un caratteristico "spot getter" nero, risultato di un'esclusiva procedura di lavorazione della lampada. Si tratta di uno strato sottile di zirconio attivato, che aiuta ad assorbire alcune impurezze che possono essere presenti nella lampada durante il funzionamento, migliorando quindi la purezza spettrale per l'intera vita utile della lampada. L'ultimo vantaggio è la qualità: le lampade Agilent sono prodotte a mano in un ambiente certificato ISO 9001 secondo fasi di lavorazione comprovate. Prima della consegna, ogni lampada è testata analiticamente per garantire che soddisfi i rigorosi standard Agilent in termini di intensità, rumore e stabilità. L'apparecchiatura per i test viene regolarmente calibrata.



**Figura 1.** "Spot getter" caratteristico, risultato dell'esclusiva lavorazione della lampada. È visibile anche del materiale del catodo depositatosi nel corso della lavorazione della lampada.

## Prestazioni

Le prestazioni delle lampade HC Agilent sono testimoniate da un'analisi dei modelli della concorrenza disponibile all'indirizzo [www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/public/5991-5023ITE\\_Hollow\\_Cathode\\_Lamps\\_WhitePaper.pdf](http://www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/public/5991-5023ITE_Hollow_Cathode_Lamps_WhitePaper.pdf). Le lampade che richiedono tempi di stabilizzazione eccessivi o che non raggiungono mai l'equilibrio possono creare problemi all'analista. Una volta avviata l'analisi, una deriva dell'intensità della lampada può modificare il segnale analitico, introducendo errori significativi. Ciò è particolarmente cruciale per le analisi in tracce in cui la deriva può addirittura essere superiore all'assorbanza del campione.

In Figura 2 è mostrata la stabilità a breve termine di alcune lampade per il selenio (Se); la lampada Agilent, indicata in blu chiaro, è confrontata con altre lampade della concorrenza. Il tracciato della stabilità viene visualizzato dopo un tempo di riscaldamento di 10 minuti. Mentre la maggior parte delle lampade presentava una stabilità adeguata, la lampada corrispondente al tracciato arancione all'apparenza non si è mai stabilizzata. È mostrata anche la stabilità a lungo termine, basata sull'assorbanza misurata di uno standard di calibrazione alla concentrazione di 120 ppm. Le linee continue rosse mostrano i limiti di controllo per una variazione pari al  $\pm 5\%$  rispetto al risultato atteso. La lampada Agilent (blu chiaro) presenta la miglior stabilità complessiva, con una precisione media  $< 1\%$  RSD per tutte le misure acquisite nell'arco di 1 ora, se confrontata con il risultato peggiore  $> 3\%$  RSD.

Nel grafico in basso è mostrata la durata delle lampade sia per il selenio (Se) sia per il piombo (Pb). La lampada Agilent (colori blu) ha evidenziato per entrambi gli elementi la massima durata, oltre 4 volte superiore rispetto al concorrente più vicino per la lampada per il selenio e circa il 20% superiore rispetto al concorrente più vicino per la lampada per il Pb.

In Figura 3 è riportato un confronto tra le curve di calibrazione per il piombo (Pb) a 217,0 nm. La lampada Agilent offre una buona sensibilità, con prestazioni equivalenti alla lampada SGM. È mostrato anche un confronto tra le curve di calibrazione per il cadmio (Cd) a 228,8 nm. La lampada Agilent presenta la migliore sensibilità e linearità. Sono stati confrontati anche i limiti di rivelabilità per i due elementi. In entrambi i casi, la lampada Agilent è caratterizzata dal limite di rivelabilità migliore (o più basso), decisamente superiore rispetto alle lampade più economiche della concorrenza.

Lo studio ha preso in esame anche le prestazioni e la durata della lampada Agilent e di una serie dei principali prodotti della concorrenza per quanto riguarda le lampade per arsenico (As), cadmio (Cd), oro (Au), rame (Cu) e sodio (Na). La lampada Agilent offre per ciascuno di questi elementi la massima durata, oltre 2,5 volte superiore rispetto al concorrente più vicino per la maggior parte degli elementi e circa il 25% in più rispetto al concorrente più vicino per la lampada per il sodio.

Vi sono molti pregiudizi errati riguardo l'uso di lampade multielemento per l'assorbimento atomico. Molti utilizzatori, per esempio, credono che le lampade multielemento durino di meno e riducano le prestazioni analitiche. Agilent offre un'ampia gamma di lampade multielemento con prestazioni simili a quelle dei modelli a singolo elemento. Come abbiamo dimostrato per la gamma di lampade multielemento, ognuna garantisce una vita utile soddisfacente, sfatando quindi il mito della durata più breve. In termini di prestazioni, possiamo notare che se si utilizza la lampada multielemento al valore di corrente consigliato, la sensibilità che si ottiene è comparabile a quella di una lampada a singolo elemento. Può esservi un leggero peggioramento che interessa il limite di rivelabilità, ma si tratta di una variazione relativamente contenuta. Anche i motivi di preoccupazione riguardo le prestazioni delle lampade multielemento non hanno alcun fondamento.

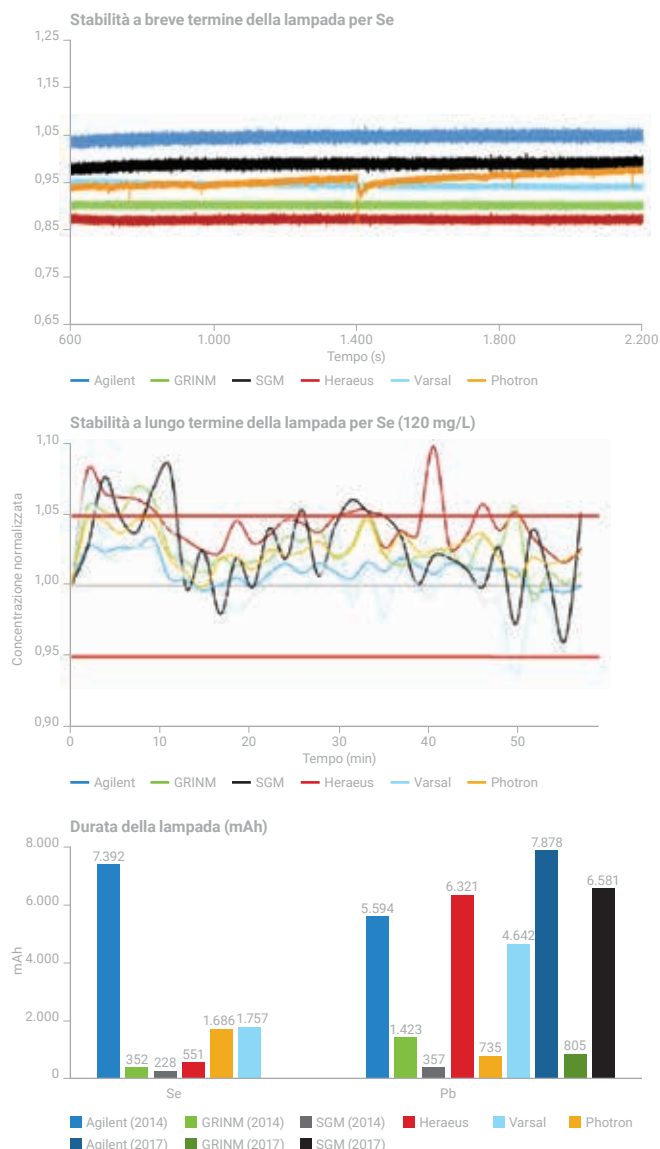


Figura 2.

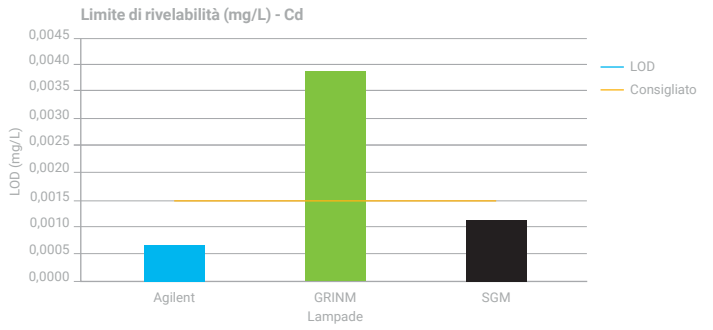
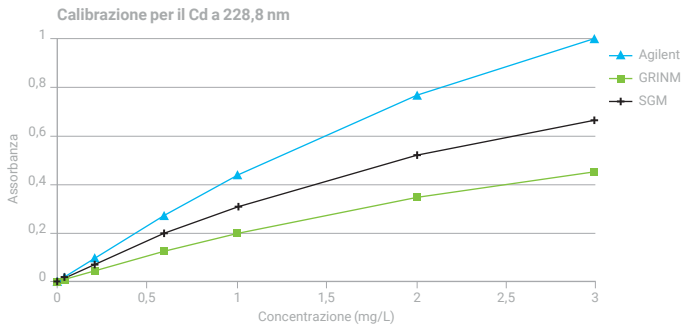
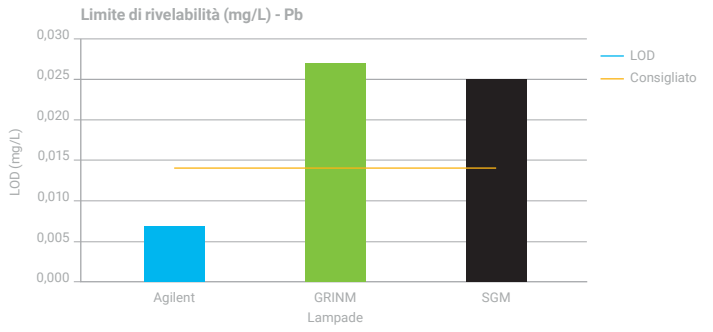
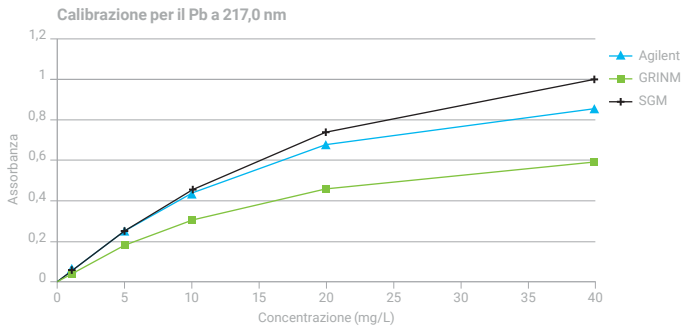


Figura 3.

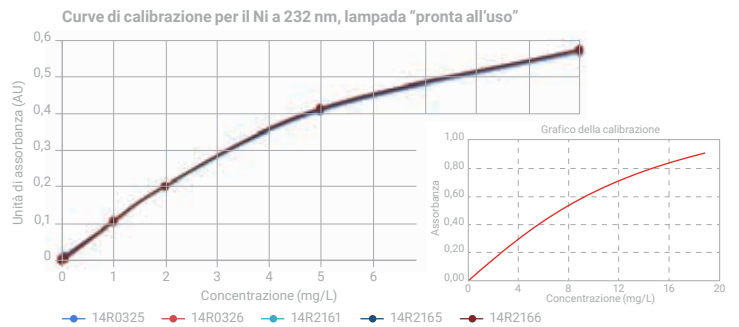
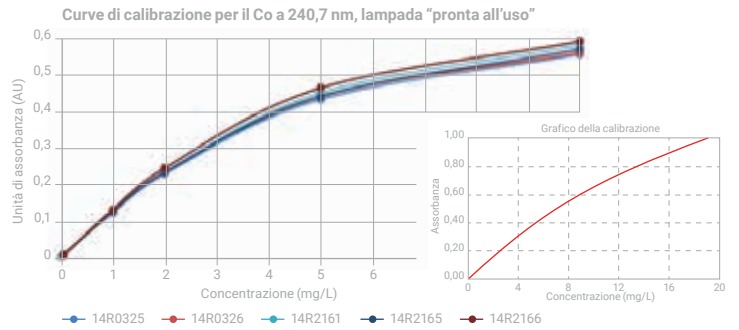
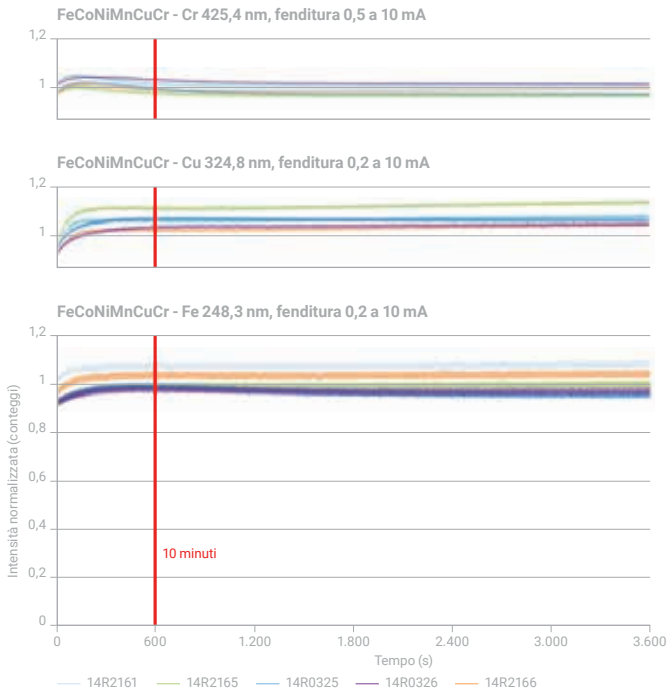


Figura 4.

In Figura 4 sono confrontate le prestazioni per una serie di elementi di una lampada multielemento per Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni. Come mostrato dai tracciati a sinistra, la stabilità a breve termine per ciascun elemento è molto buona dopo un periodo iniziale di riscaldamento. A destra è riportato il grafico della calibrazione previsto per gli elementi elencati tratto dal cookbook per la spettroscopia ad assorbimento atomico a fiamma. Il grafico della calibrazione di maggiori dimensioni mostra la sensibilità ottenuta con la lampada multielemento per gli elementi in questione. La sensibilità misurata corrisponde alle prestazioni attese in base al cookbook, confermando ancora una volta che le lampade multielemento non compromettono le prestazioni, se utilizzate nelle condizioni consigliate per lo specifico tipo di lampada.

## Indicazioni e suggerimenti operativi

Come ricordato in precedenza, le lampade multielemento spesso richiedono condizioni operative diverse da quelle delle lampade a singolo elemento. Corrente della lampada, ampiezza consigliata della fenditura e persino le lunghezze d'onda consigliate possono essere diverse nel caso delle lampade multielemento. Tuttavia, se utilizzate nelle condizioni consigliate, queste lampade presentano prestazioni equivalenti.

Quali sono gli altri fattori di cui tenere conto quando si impiega una lampada HC? Consideriamo innanzitutto la cura generale e il funzionamento della lampada. La lampada è fragile e, pertanto, è necessario evitare inutili urti o sollecitazioni. Inoltre, occorre verificare l'assenza di impronte digitali sulla finestra all'estremità della lampada, punto in cui la luce entra nel sistema ottico della strumentazione. L'untuosità dell'epidermide può accumularsi su questa superficie e ridurre la trasmissione di luce nel sistema ottico, diminuendo quindi le prestazioni. Si tratta di un aspetto particolarmente critico per gli elementi aventi lunghezze d'onda di emissione nella regione UV o per quegli elementi con intensità relativamente basse, per esempio nel caso delle lampade per As, Se e Ni.

È sempre buona prassi attendere il riscaldamento della lampada per circa 10 minuti all'inizio dell'analisi, consentendo la stabilizzazione dell'emissione e, come già sottolineato, operare nelle condizioni consigliate. Nel caso delle lampade Agilent, per praticità le condizioni operative sono riportate sull'etichetta posta sulla base (incluse la corrente consigliata, la lunghezza d'onda e la larghezza di banda spettrale). Durante l'uso della lampada è opportuno monitorarne le prestazioni, in particolare il valore percentuale di "gain" mostrato o indicato sul display durante l'ottimizzazione. Tale valore andrebbe confrontato con i valori di gain tipici disponibili sul sito web Agilent ([www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762](http://www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762)). Una variazione significativa nel valore di gain della lampada può indicare che quest'ultima sta raggiungendo la fine della durata operativa. Se usi un sistema a fornetto di grafite, ti consigliamo di allineare la lampada senza la testa di lavoro nel cammino ottico: allinea innanzitutto la lampada, quindi colloca in posizione la testa e allineala in modo da massimizzare la trasmissione luminosa attraverso la testa del sistema a fornetto di grafite.

Un altro tipo di sorgente da prendere in considerazione è la lampada al deuterio, impiegata per la correzione del fondo nel sistema AA. Nella maggior parte della strumentazione AA, la lampada al deuterio è utilizzata in particolare nell'intervallo di lunghezze d'onda tra 200 e 400 nm. Non la usiamo oltre i 400 nm poiché non produce un'emissione utile. La maggior parte del fondo si osserva tra 200 e 400 nm. Il sistema di correzione del fondo Agilent offre una buona funzionalità di correzione: fino a 2,5 unità di assorbanza del fondo e correzione rapida con un ritardo inferiore a 2 ms tra le letture, potenzialmente riducendo al minimo l'errore di correzione che si verifica impiegando la correzione del fondo.

Alcune domande tipiche sulla lampada al deuterio sono:

- La lampada è sempre accesa? La risposta è no, perché la lampada è accesa soltanto durante l'inizializzazione dello strumento e successivamente viene spenta, a meno che il metodo che esegui non preveda la correzione del fondo.
- Qual è la durata della lampada? È difficile citare una cifra esatta perché le variabili in gioco sono molteplici ma, in genere, osserviamo durate che superano le 1.000 ore di funzionamento. La maggior parte degli utenti che ricorre frequentemente alla correzione del fondo dovrà sostituire la lampada con cadenza annuale.

Prendiamo ora in esame alcuni altri suggerimenti grazie ai quali potrai incrementare al massimo le prestazioni del tuo sistema AA.

## Prevenzione dell'ostruzione del nebulizzatore

Uno degli aspetti più importanti da considerare quando si desidera prevenire l'ostruzione del nebulizzatore è quello di risciacquare il nebulizzatore tra campioni successivi e, in particolare, per alcuni minuti al termine dell'analisi prima di spegnere la fiamma. In questo modo si rimuovono dal nebulizzatore gli eventuali residui di campione e se ne previene l'ostruzione. Un ruolo critico lo gioca anche la preparazione del campione: particelle di grandi dimensioni devono essere rimosse dal campione o tramite filtrazione o per centrifugazione. In quest'ultimo caso, se si utilizza un autocampionatore, o anche in caso di campionamento manuale, è fondamentale eseguire il campionamento a un'altezza superiore rispetto al livello degli eventuali sedimenti nel vessel del campione. Quando si puliscono i capillari del campione tra campioni successivi, è necessario usare panni che non lasciano pelucchi; in caso contrario, il possibile accumulo di fibre può portare all'ostruzione del nebulizzatore. Se il nebulizzatore è ostruito, la soluzione ottimale consiste nello smontaggio completo del nebulizzatore e nel sottoporre a ultrasuoni i componenti in una soluzione detergente in un bagno a ultrasuoni. Successivamente è possibile risciacquare e rimontare il nebulizzatore. Per rimuovere immediatamente l'ostruzione è possibile usare anche un filo di pulizia, ma solo come soluzione a breve termine. In ogni caso, è sempre meglio pensare in termini di prevenzione, prestando particolare attenzione alla preparazione del campione ed eseguendo il lavaggio del sistema di introduzione del campione.

Anche la calibrazione del sistema di atomizzazione può essere di aiuto per ridurre l'ostruzione del nebulizzatore. Per la maggior parte delle applicazioni, le palette di miscelazione andrebbero montate all'interno della camera di nebulizzazione. Ottimizza la posizione dell'impact bead così da ottenere la combinazione ottimale tra sensibilità e precisione. Utilizza tubi capillari narrow-bore. Se desideri migliorare la sensibilità, puoi rimuovere le palette di miscelazione. Puoi regolare l'impact bead allontanandola dal nebulizzatore. Se installi un tubo di ampio diametro, otterrai una velocità di prelievo nettamente più alta, migliorando di conseguenza la sensibilità. Il leggero aumento del livello di rumore è compensato da un drastico aumento del segnale. Ciò significa che, nel complesso, le prestazioni in termini di rapporto segnale-rumore miglioreranno. Per i campioni più complessi con un più alto tenore di solidi disciolti, assicurati innanzitutto che le palette di miscelazione siano installate. Regola quindi la bead per la massima sensibilità e ruota il bead adjuster di almeno mezzo giro in senso orario dalla posizione di sensibilità ottimale avvicinandolo al nebulizzatore. Questa operazione comporta una lieve perdita di sensibilità, con una riduzione forse di circa il 10%, ma l'avvicinamento al nebulizzatore diminuisce la probabilità di ostruzione del sistema di introduzione del campione. Naturalmente in questo modo migliorerai la stabilità e le prestazioni a lungo termine.

È importante prendere in considerazione le procedure svolte a fine giornata, al termine dell'analisi, in quanto incidono in misura rilevante sulle prestazioni dello strumento. La procedura di spegnimento consigliata è la seguente:

- aspira la soluzione di lavaggio per alcuni minuti prima di spegnere la fiamma (per lavare il nebulizzatore e rimuovere eventuali residui di campione)
- spegni la fiamma e attendi il raffreddamento del bruciatore
- rimuovi il bruciatore e versa almeno 500 mL di acqua nella camera di nebulizzazione (per rimuovere eventuali residui di acidi dalla trappola per liquidi)
- svuota il vessel dei reflui
- arresta l'erogazione dei gas allo strumento
- chiudi il software
- spegni lo strumento

Questa procedura lava l'intero sistema di introduzione del campione e rimuove del tutto i residui di acidi. Ciò riduce la probabilità di ostruzione e di degradazione della strumentazione.

## Manutenzione del sistema di introduzione del campione

Di seguito sono riportate alcune linee guida utili per la pulizia del sistema di atomizzazione. Il bruciatore è probabilmente il componente che presenta le maggiori difficoltà per molti utilizzatori. Per pulire il bruciatore consigliamo di lucidarlo, in particolare all'interno dello slot del bruciatore. Utilizza un detergente per metalli, per esempio un prodotto che usi per la pulizia dell'ottone. Consigliamo un prodotto in vendita con il nome Brasso ma, qualora non fosse disponibile, funzionerà molto bene un altro detergente liquido per metalli consigliato per la pulizia dell'ottone. Utilizza la striscia per la pulizia del bruciatore per introdurre il detergente per metalli nello slot del bruciatore (Figura 5, in alto). Utilizza quindi il cartoncino per lucidare l'interno dello slot del bruciatore su entrambi i lati. Quanto più lo lucidi, tanto migliori saranno le prestazioni del bruciatore. In definitiva, un bruciatore pulito e ben lucidato offre prestazioni molto più elevate e una resistenza molto migliore alle ostruzioni.



Figura 5.

La pulizia della camera di nebulizzazione è molto semplice: non devi far altro che smontarla e lavarla in una soluzione detergente. È fondamentale anche esaminare le condizioni dei componenti al suo interno, in particolare dell'impact bead di vetro. In Figura 5 (in basso) sono mostrate le condizioni di una bead molto usata. Questa in particolare presenta segni marcati di usura. Se sulla superficie della bead sono visibili chiare tracce di usura o corrosione, la bead non fornirà buone prestazioni in termini di frammentazione del flusso di campione. Se presenta questo aspetto, devi immediatamente sostituirla. L'impact bead è un elemento cruciale in quanto ti permette di controllare le prestazioni dello strumento. Il bead adjuster esterno ti consente di controllare la posizione della bead. Regolando la posizione della bead, puoi calibrare lo strumento per ottenere la sensibilità che desideri. Allontanando la bead dal nebulizzatore, osserverai un aumento del segnale. Il segnale dovrebbe raggiungere un massimo e quindi, via via che allontani la bead, l'assorbimento inizierà a scendere. Il posizionamento della bead è fondamentale per ottenere buone prestazioni.

## Standard accurati

Poiché tutte le misure eseguite sui campioni fanno riferimento alla calibrazione iniziale, l'accuratezza dell'analisi dipende dall'accuratezza degli standard di calibrazione. Gli standard di calibrazione devono essere privi di contaminanti e, cosa ancora più importante, certificati impiegando le tecniche più rigorose ed efficaci, con prove documentali a sostegno della certificazione. Secondo la definizione di "materiale di riferimento certificato" (CRM) si indica un materiale di riferimento fornito con il relativo certificato, per il quale uno o più valori di concentrazione sono stati certificati tramite una procedura che ne stabilisce la tracciabilità rispetto a un'unità o a standard accurati e per il quale ciascun valore certificato è accompagnato da un'incertezza a un livello di confidenza dichiarato.

L'utilizzo di materiali di riferimento certificati per la preparazione di standard di calibrazione migliora l'accuratezza, è garanzia di tracciabilità e permette la quantificazione dell'incertezza di misura. L'altra ragione per cui i clienti scelgono di impiegare CRM è di natura normativa. Con sempre maggiore frequenza, gli enti normativi nazionali quali l'australiana National Association of Testing Authorities (NATA) e lo United Kingdom Accreditation Service (UKAS) richiedono ai laboratori certificati conformemente alla ISO Guide 34 l'uso di CRM (laddove disponibili e se del caso) per la verifica e la validazione dei loro metodi.

I materiali di riferimento certificati Agilent sono prodotti in una struttura ISO 9001, conforme alla ISO Guide 34 e certificati in un laboratorio di analisi ISO/IEC 17025. Gli standard Agilent sono prodotti con gli elementi e i composti della massima purezza disponibile (in genere superiore al 99,999%), oltre che con solventi e acidi ad alta purezza. Le materie prime sono sottoposte a saggi e analisi per rilevare impurezze in tracce utilizzando un sistema ICP-MS Agilent. I metalli sono sottoposti a pulizia preliminare con acidi e risciacquati con acqua ad alta purezza, mentre i sali sono essiccati fino a peso costante. Le soluzioni sono preparate per via gravimetrica in un ambiente ultra-pulito. Le digestioni

con acidi sono eseguite in recipienti in PTFE o polietilene ad alta densità (HDPE) pre-puliti per evitare la contaminazione dal vessel di reazione. Bilance e matracci tarati sono calibrati secondo le procedure NIST. Gli standard di petrolio sono miscelati in reattori di vetro o HDPE pre-puliti.

I CRM per spettroscopia Agilent sono certificati utilizzando il protocollo per spettroscopia ad alte prestazioni sviluppato dal NIST e con i metodi chimici a umido tradizionali (titrimetria o gravimetria). Sia la concentrazione che i valori di incertezza certificati sono tracciabili nella NIST SRM 3100 series degli standard per spettrometria al fine di assicurare la massima accuratezza e tracciabilità. Gli standard sono confezionati in fialoni HDPE pre-puliti prima della spedizione in sacche polimeriche sigillate dotate di sigillo anti-manomissione. I fialoni sono sottoposti a lisciviazione con acido e risciacquati tre volte con acqua deionizzata prima dell'uso. Gli standard hanno una lunga durata, fino a 18-24 mesi, supportata da studi di stabilità a lungo termine eseguiti nel quadro dei requisiti per l'accreditamento secondo ISO Guide 34.

Tutti gli standard Agilent sono accompagnati da un esaustivo certificato di analisi (CoA). Le impurezze in tracce sono valutate utilizzando un sistema ICP-MS Agilent e riportate sul CoA per gli standard ICP-OES/ICP-MS.

Agilent ora offre una linea completa di materiali di riferimento certificati per spettroscopia, prodotti ai sensi delle norme ISO 17025 e della ISO Guide 34 per applicazioni AA, MP-AES, ICP-OES e ICP-MS. Agilent offre inoltre una gamma completa di standard biodiesel e metallo-organici singoli e multi-elemento, oli di base e solventi puri per la preparazione di standard di lavoro per l'analisi di additivi per lubrificanti, residui di metallo e prodotti petroliferi. Per gli standard metallo-organici e biodiesel, Agilent utilizza metodi unici per la sintesi di materiali metallo-organici che offrono la purezza e stabilità necessarie per produrre la gamma di CRM a singolo elemento e multi-elemento in matrici organiche, anche queste certificate ai sensi della norma ISO Guide 34. Con i CRM di Agilent, il tuo laboratorio avrà garanzie di qualità, purezza e coerenza.

Di seguito sono riportate alcune domande pertinenti per la preparazione degli standard di calibrazione. Concentreremo l'attenzione sugli aspetti comuni, su quelli che probabilmente dovremmo già conoscere ma che forse talvolta trascuriamo e sul fatto che forse non sempre seguiamo le procedure corrette:

- Lo standard non ha ancora superato la "data di scadenza"?
- Lavori con le migliori pipette calibrate e con vetreria di grado A?
- Controlli con regolarità l'accuratezza delle pipette?
- Usi acqua deionizzata per ridurre al minimo la contaminazione?
- Impieghi la diluizione seriale per evitare di introdurre gravi errori di diluizione?
- Come stocchi i campioni? Gli standard dovrebbero venir acidificati per assicurarsi che possiedano la massima stabilità. I vessel di plastica (PFA o FEP) garantiscono una migliore stabilità.

Sostituisci gli standard frequentemente? Soprattutto se operi a livello di tracce, è essenziale preparare standard freschi ogni volta che usi lo strumento. Ciò significa ogni giorno o una volta a settimana, a seconda dello specifico carico di lavoro in termini di campioni.

## Riduzione della contaminazione

La contaminazione è una possibilità che devi tenere presente, poiché può essere provocata da qualsiasi cosa con cui il campione entra in contatto, sia durante lo stoccaggio sia durante la digestione o addirittura nel corso dell'analisi. Considera la purezza dei reagenti: procurati sempre i migliori reagenti possibili e verificane il certificato di analisi. Possono esserci variazioni da un lotto a un altro. Qual è il livello di potenziali contaminanti in un certo campione? La verifica del certificato di analisi permette di determinare se vi sono elementi presenti a un livello più alto, potenzialmente in grado di provocare problemi per la specifica applicazione. Assicurati di risigillare i reagenti immediatamente dopo l'uso.

Un'altra causa comune di contaminazione è l'acqua per reagenti. Se non usi acqua deionizzata o non esegui correttamente la manutenzione del sistema che eroga acqua, puoi andare incontro a problemi. Se utilizzi puntali colorati per pipette, questi possono essere causa di contaminazione, in particolare da elementi quali rame, ferro, zinco e cadmio. È preferibile utilizzare puntali di colore naturale.

## Miglioramento dell'accuratezza

Per migliorare l'accuratezza, devi prestare attenzione anche alle procedure di digestione del campione. Assicurati di utilizzare la digestione più adeguata. Conferma che il metodo scelto sia idoneo per la specifica applicazione. Questo aspetto ha la stessa importanza anche se impieghi un sistema di digestione con blocco riscaldante o addirittura uno a microonde.

Hai controllato che nel corso della digestione non si verifichi perdita di analita? Hai controllato che nel corso della digestione non vi sia contaminazione? Per farlo, sottoponi un materiale di riferimento certificato al processo di preparazione e analisi che utilizzi. Si tratta di un ottimo accorgimento per verificare che il sistema funzioni correttamente.

Un'altra possibilità per controllare la presenza di contaminazione consiste nell'utilizzare un bianco e nell'includerlo in ogni lotto di campione che prepari. Ciò significa sottoporre l'acqua per reagenti al processo di preparazione. Esegui la misura sul bianco come se si trattasse di un campione e, se osservi livelli più elevati di quelli attesi, ciò può essere indice della presenza di contaminazione. L'uso di un bianco è una procedura consigliata per ogni analisi. Potrebbe non essere necessario controllare il processo di digestione ad ogni analisi, ma è buona norma farlo periodicamente, in particolare se stai configurando un nuovo metodo.

## Sensibilità analitica

Uno degli ultimi controlli da eseguire per migliorare le prestazioni della strumentazione riguarda la sensibilità analitica. Una delle difficoltà che molti utilizzatori incontrano è l'allineamento del bruciatore. La posizione del bruciatore deve essere ottimizzata verticalmente, orizzontalmente e rotazionalmente. Il modo migliore per farlo consiste nell'usare la procedura di allineamento del bruciatore e le strisce per la pulizia. Puoi collocarle sul bruciatore e sfruttare quindi l'area target per assicurarti che il bruciatore sia allineato correttamente rispetto alla luce emessa dalla lampada HC. In questo modo puoi effettuare molto rapidamente un controllo visivo per verificare che il fascio di luce sia parallelo allo slot del bruciatore. È buona prassi controllare anche la velocità di prelievo del nebulizzatore. In condizioni ideali dovrebbe essere prossima a 5 mL/min. Se necessario, puoi regolare il nebulizzatore o pulirlo in caso di ostruzione parziale e bassa velocità di prelievo di campione. Una volta eseguite tali regolazioni preliminari, dovresti aspirare uno standard e ottimizzare quindi il sistema per ottenere la massima sensibilità. In questa fase è importante dedicare attenzione a fattori quali la posizione dell'impact bead utilizzando l'adjuster in modo da ottenere sensibilità e precisione ottimali.

Il passo successivo riguarda la natura dei processi chimici nella fiamma: la stechiometria della fiamma è particolarmente critica per gli elementi analizzati con una fiamma protossido di azoto/acetilene, ma anche per gli elementi per cui si usa una fiamma aria-acetilene. Regolando il flusso dei gas puoi variare la sensibilità e ottimizzare le prestazioni.

La regolazione del flusso di acetilene è ancora più importante nel caso della fiamma protossido di azoto/acetilene. In Figura 6 è riportato un esempio di condizioni di ottimizzazione per il bruciatore protossido di azoto/acetilene. In genere, la scelta di questo tipo di bruciatore è riconducibile alla necessità di eseguire misure sugli elementi più refrattari. Questi elementi richiedono l'immissione nella fiamma di una quantità extra di acetilene per ottenere una buona atomizzazione e un buon segnale. Solitamente, se esegui analisi con la fiamma al protossido di azoto, devi alimentarla con una quantità extra di acetilene. Nel cookbook le note alle condizioni analitiche fanno spesso riferimento al pennacchio o altezza del cono nella fiamma. Si tratta dell'altezza dell'area colorata visibile in Figura 6. Per ottenere una fiamma ricca, devi incrementare il flusso di acetilene fino a otto litri al minuto.



Figura 6.

## Programma di manutenzione consigliato

Di seguito sono riportate alcune linee guida di ausilio agli interventi di manutenzione. Si tratta di programmi di manutenzione consigliati per l'assorbimento atomico a fiamma. Tieni presente che si tratta soltanto di condizioni consigliate e che la tempistica della manutenzione può variare a seconda dell'applicazione e del carico di lavoro. Adatta il programma secondo le necessità in base all'uso.

I fattori più importanti sono i controlli da eseguire ogni volta che utilizzi lo strumento. All'inizio dell'analisi verifica che il gas nelle bombole sia sufficiente, in particolare per quanto riguarda l'acetilene, per assicurarti che non vi sia trascinamento di acetone nel gas box dello strumento. Verifica che lo scarico funzioni correttamente. Controlla la velocità di prelievo del nebulizzatore ed esamina il bruciatore per assicurarti che sia pulito e in buono stato per l'analisi. A questo punto dovresti essere pronto per iniziare l'analisi.

Alla fine dell'analisi, segui la procedura di spegnimento consigliata per lavare completamente il sistema di introduzione del campione e, infine, svuota il contenitore dei reflui. È buona prassi anche pulire le superfici esterne del sistema di assorbimento atomico, in particolare del vano per i campioni, per eliminare eventuali residui di acidi accumulatisi su tali superfici.

Una volta a settimana o secondo necessità pulisci sia il bruciatore sia il sistema di atomizzazione a fiamma. Approfittane per esaminare i componenti, in particolare l'impact bead e le condizioni di tutti gli O-ring, per assicurarti che siano in buono stato. Se gli O-ring presentano tagli, danni o sono chiaramente allungati, sostituiscili immediatamente perché non funzionano più bene e non garantiscono una buona tenuta. Controlla con regolarità le finestre ottiche dello strumento e puliscile se necessario.

Seguendo queste procedure, dovresti ottenere prestazioni valide e uniformi dalla strumentazione.

## Prodotti di consumo essenziali per AA

Di seguito sono riportate alcune linee guida generali sui tipi comuni di parti e prodotti di consumo che è pratico avere a portata di mano per l'uso continuativo della strumentazione. Ogni strumento necessita di lampade HC oltre che degli standard di calibrazione (CRM). Nel caso dell'assorbimento atomico a fiamma, è comodo avere a disposizione soprattutto le parti per il sistema di introduzione del campione, per esempio impact bead, strisce per la pulizia del bruciatore, componenti del nebulizzatore, tubi capillari e così via. Se è presente un blocco o un'ostruzione, puoi smontare il nebulizzatore, sostituire il componente e procedere con l'analisi.

Sebbene questa presentazione non abbia trattato in dettaglio le altre tecniche AA, è consigliabile avere a portata di mano anche altri prodotti di consumo essenziali. Nel caso dei sistemi AA a fornetto di grafite, dovresti disporre di tubi in grafite, vial per campioni, capillari di erogazione e siringhe per l'autocampionatore, oltre che di modificatori di matrice. Nel caso dei sistemi AA a generazione di vapore, dovresti disporre di celle di atomizzazione in quarzo, tubi della pompa peristaltica e tubi di collegamento.

Agilent offre una gamma di kit di prodotti di consumo, noti anche come kit di prodotti di consumo operativi, che essenzialmente raggruppano sotto un unico codice tutti i prodotti di cui hai bisogno. Questi kit sono disponibili per l'assorbimento atomico a fiamma (Figura 7) e per l'assorbimento atomico a fornetto di grafite, così come per alcune delle altre tecniche o degli altri accessori che potresti utilizzare. Ciascun kit include tutti i componenti necessari a garantire il funzionamento dello strumento in genere per un anno di operazioni di routine.

### Componenti del kit di prodotti di consumo operativi

1 nebulizzatore Venturi, PEEK

1 kit di capillari per nebulizzatore

1 blocco nebulizzatore, fluorurato

1 confezione di 5 impact bead in vetro

1 confezione di tubi capillari per alto tenore di solidi, 3m

1 O-ring Mark 7, per campioni acquosi

1 confezione di 5 palette di miscelazione, fluorurate

1 confezione di 100 cartoncini per pulizia e allineamento del bruciatore



Figura 7.

Possedere uno di questi kit è un modo molto pratico di avere a portata di mano le parti di ricambio nel momento in cui ne hai bisogno. Puoi ordinare questi kit di prodotti di consumo operativi una volta all'anno per ottenere prestazioni ottimali dallo strumento per un anno intero.

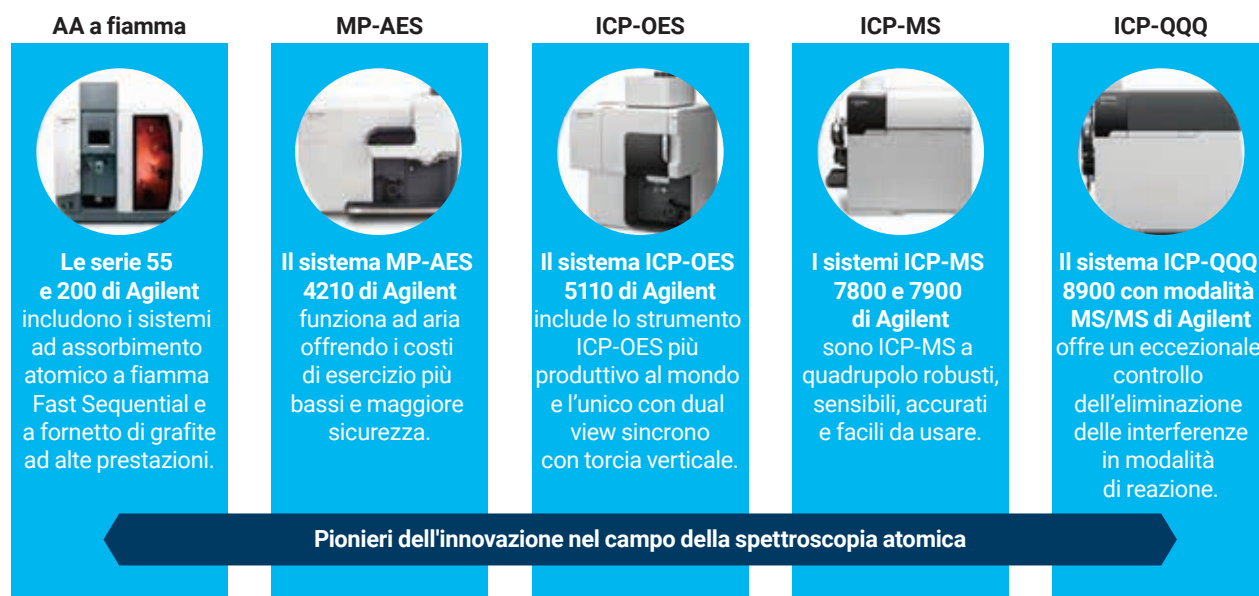


Figura 8.

In Figura 8 è riportata una visione d'insieme della gamma di strumenti Agilent per spettroscopia atomica. Agilent offre una gamma completa di strumentazione che spazia dai sistemi per assorbimento atomico a fiamma ai sistemi ICP-QQQ ICP-MS di fascia alta, che offrono funzionalità MS/MS per un eccezionale controllo dell'eliminazione delle interferenze in modalità di reazione. Indipendentemente dalla tecnica che utilizzi e dal tipo di analisi che esegui, puoi essere certo che Agilent possiede i prodotti di cui hai bisogno per la tua specifica applicazione.

## Riepilogo

I suggerimenti e le linee guida di questa presentazione ti aiuteranno a ottenere prestazioni ottimali e dati di qualità dalla strumentazione del tuo laboratorio. La maggior parte dei problemi che affronti dipendono dalle condizioni e dalla configurazione del sistema di introduzione del campione. Rivolgendo l'attenzione alla configurazione, alle condizioni e alla manutenzione del sistema di introduzione del campione (bruciatore, camera di nebulizzazione e nebulizzatore) e sottoponendo ad adeguati interventi di manutenzione tali aree, potrai ottenere prestazioni ottimali.

La presenza di depositi in qualunque area del sistema di introduzione del campione può incidere sulla velocità di immissione del campione nella fiamma, contribuendo alla deriva del segnale e dando luogo a potenziali fenomeni di contaminazione. Una manutenzione adeguata di quest'area può tradursi in un miglioramento dei risultati e della qualità dei dati, oltre che nel superamento di potenziali problemi. Definendo procedure di manutenzione di routine puoi mettere a disposizione degli analisti delle soluzioni semplici per individuare e risolvere i problemi.

Questi suggerimenti e linee guida ti permetteranno di mantenere la strumentazione in buone condizioni e di ottenere prestazioni e produttività ottimali dagli strumenti.

## Risorse

Per concludere, di seguito è riportata una panoramica delle risorse aggiuntive a tua disposizione. Di recente Agilent ha introdotto il "centro risorse per i sistemi AA", una pagina di informazioni per tutti gli utilizzatori di strumenti per assorbimento atomico ([www.agilent.com/it-it/promotions/aa-resources](http://www.agilent.com/it-it/promotions/aa-resources)).

Una caratteristica rilevante del "centro risorse per i sistemi AA" è rappresentata dai video che trattano della manutenzione e della risoluzione dei problemi per i sistemi di assorbimento atomico a fiamma, assorbimento atomico, assorbimento atomico a fornetto di grafite e per le lampade HC.

Di seguito è riportato un elenco di altre risorse disponibili a chi utilizza la tecnica dell'assorbimento atomico:

[Domande frequenti sulle lampade](#)

[Parti e prodotti di consumo per assorbimento atomico](#)

[Note applicative](#)

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

[Standard/materiali di riferimento certificati](#)

[Prodotti di consumo per strumentazione PerkinElmer](#)

[Webinar di spettroscopia atomica](#)

[Guida di riferimento rapido sull'assorbimento atomico](#)

## Informazioni sull'autore

Eric Vanclay è il Product Marketing Manager per i prodotti di consumo per spettroscopia per Agilent Technologies con sede a Melbourne, Australia. Si è laureato presso la Monash University di Melbourne nel 1985, conseguendo una laurea triennale in scienze con indirizzo chimico. Eric è entrato in Varian nel 1988 e ha ricoperto numerosi ruoli, tra cui Product Specialist per l'assorbimento atomico, Product Manager per l'assorbimento atomico, Marketing Manager per le esportazioni, Field Sales/Applications Specialist per l'Europa (spettroscopia atomica), Product Manager per i prodotti di ICP-OES e Product Manager per i prodotti di MP-AES. Dopo l'acquisizione di Varian da parte di Agilent Technologies, ha assunto il ruolo di Product Marketing Manager per i prodotti di consumo per spettroscopia, che prevede mansioni quali l'assistenza alle vendite sul campo, l'assistenza ai clienti, lo sviluppo di prodotti e il marketing dei prodotti di consumo per spettroscopia. Vanta un'esperienza di più di 30 anni in tutte le tecniche di spettroscopia atomica.



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

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Stampato negli Stati Uniti, 11 aprile 2019  
5994-08581TE

