

Ottimizza le prestazioni e il tempo di operatività del tuo strumento ICP-OES

Consigli, suggerimenti e indicazioni utili per l'ottimizzazione degli strumenti ICP-OES per ottenere prestazioni eccellenti e garantire affidabilità e robustezza ad applicazioni e metodi.



Autore

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

Introduzione

Agilent Technologies ha commissionato un sondaggio indipendente a livello globale rivolto ai responsabili di laboratorio, con l'obiettivo principale di individuare i punti deboli di laboratori e strumentazione e sviluppare strategie per affrontare qualsiasi questione. Un obiettivo secondario è stato quello di scoprire le principali differenze con cui hanno a che fare questi responsabili di laboratorio in termini di funzionamento dello strumento. Il sondaggio, condotto da Frost & Sullivan, ha coinvolto 700 persone in quattro paesi: Germania, Regno Unito, Stati Uniti e Cina; le persone intervistate differivano in termini di esperienza, dimensione dell'azienda, ruolo e funzione primaria. I principali risultati di questa ricerca possono essere trovati visitando:

www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2017/07jun-ca17019.html

Quello che il sondaggio ha messo in evidenza è il desiderio da parte della maggior parte degli utenti di ridurre la manutenzione e i tempi di fermo macchina, oltre che di migliorare il flusso di lavoro complessivo del laboratorio. Di conseguenza, questo articolo illustrerà alcuni suggerimenti che possono aiutare a massimizzare le prestazioni dei sistemi ICP-OES e si soffermerà su alcune delle sfide comuni a cui si deve far fronte in laboratorio.

Prevenire l'ostruzione del nebulizzatore

Come possiamo ridurre o prevenire l'ostruzione del nebulizzatore? È bene ricordare che quando si ha a che fare con la nebulizzazione del campione, i flussi sono di solito relativamente bassi. Il capillare che trasporta il campione nella camera di nebulizzazione ha una tolleranza ridotta ai solidi non disciolti e alle particelle di grandi dimensioni. Così, quando si analizzano dei campioni più difficili si ha un rischio elevato di ostruzione sia dell'anello che del capillare del nebulizzatore, che porta a problemi di sensibilità. Che cosa si può fare? Come prima cosa, e più importante, accertarsi che il sistema di introduzione del campione sia stato risciacquato con un bianco adatto prima di estinguere il plasma. In questo modo si evitano eventuali depositi nel nebulizzatore stesso. In secondo luogo, considerare le strategie di preparazione del campione: filtrazione o centrifugazione dei campioni per rimuovere i particolati possono contribuire a prevenire l'ostruzione del nebulizzatore. Per campioni più difficili, l'uso di dispositivi di protezione per l'autocampionatore può anche aiutare ad evitare che polvere o sporcizia siano trasferite nei campioni quando sono conservati in attesa di essere analizzati. In aggiunta, la regolazione dell'altezza della sonda dell'autocampionatore in modo che il campionamento avvenga al di sopra di qualsiasi solido disciolto o precipitato può aiutare a ridurre la possibilità di ostruzione del nebulizzatore. La parola chiave da ricordare è "prevenzione".

Un altro approccio per ridurre la probabilità di ostruzione del nebulizzatore, in particolare con campioni difficili, è quello di utilizzare un accessorio per umidificare l'argon (Figura 1 a destra). I tubi sottili all'interno del flacone sono una vera e propria membrana permeabile. Riempiendo il flacone con acqua deionizzata, la membrana permeabile permette all'acqua di umidificare il gas del nebulizzatore. Un gas del nebulizzatore umido che fluisce attraverso il nebulizzatore può aiutare a ridurre la possibilità di ostruzione dovuta all'accumulo di sali, riducendo così l'entità della deriva.

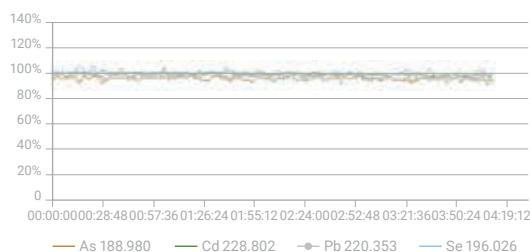


Figura 1.

La figura 1 (sinistra) mostra anche un esempio di un campione difficile: 25% di cloruro di sodio per oltre quattro ore con aspirazione continua, utilizzando un sistema di introduzione del campione adatto per elevati livelli di solidi disciolti, compreso l'accessorio per umidificare l'argon. Si raggiunge una stabilità a lungo termine con una precisione inferiore al 2,5% per l'intero periodo della prova.

Un terzo approccio per ridurre o prevenire l'ostruzione del nebulizzatore è quello di filtrare i campioni prima dell'analisi. È ovvio che questo dovrebbe essere un approccio adottato dalla maggior parte degli utenti, tuttavia molti preferiscono non farlo a causa del suo impatto sulla produttività. In ogni caso, questo approccio è altamente raccomandato. A titolo esemplificativo la figura 2 mostra come i filtri per siringhe Agilent Captiva in soli quattro passaggi sono in grado di sfruttare tutti i vantaggi della filtrazione.

Ora, in aggiunta alla filtrazione dei campioni, ci sono anche alcuni aspetti che dovremmo tenere presente da un punto di vista della preparazione del campione, che possono contribuire anzitutto a migliorare l'accuratezza dei risultati, ma anche a ridurre le probabilità di ostruzione del nebulizzatore. Bisogna considerare se si sta lavorando con la procedura di digestione più adatta. Gli analiti vengono estratti e disciolti quantitativamente? In molti casi le digestioni con cui si lavora possono consistere solo in un estratto parziale con l'eventualità che alcuni analiti volatili vadano



Prima di effettuare il riempimento con il campione, aspirare approssimativamente 1 mL di aria nella siringa. In questo modo si riduce al minimo la ritenzione del fluido.

Aspirare il campione nella siringa, quindi aspirare circa 1 mL di aria. Invertire la siringa e pulire i residui dalla punta.

Collegare la siringa al filtro per siringa utilizzando un connettore luer. Ruotare delicatamente per garantire una tenuta sicura.

Filtrare il contenuto della siringa nel vial. Successivamente, rimuovere il filtro della siringa, aspirare l'aria nella siringa, reinserire il filtro, e premere il pistone della siringa per filtrare il campione residuo. Ciò consentirà di ottimizzare il recupero del campione.

Figura 2.

persi durante la digestione. In questi casi, dovremmo ricorrere a un materiale di riferimento certificato, preferibilmente un materiale di riferimento certificato solido, nelle procedure per la preparazione e l'analisi del campione. In questo modo siamo in grado di controllare se eventuali perdite di analiti si verificano durante le fasi di digestione. In aggiunta, è necessario verificare se la digestione si mantiene stabile o se dopo la digestione si hanno dei precipitati o delle sospensioni, o si verificano delle contaminazioni. Per questo tipo di controllo, è necessario lavorare con un bianco. Idealmente dovrebbe essere incluso in ogni serie di campioni; in pratica, si impiega un campione di acqua pura nel processo di preparazione del campione. Con un campione di acqua pura i risultati attesi dovrebbero essere molto vicini allo zero.

Se si osservano dei valori più alti per qualsiasi analita in quel particolare campione, è indice di una potenziale contaminazione; sono quindi necessarie ulteriori indagini per identificare dove è avvenuta quella particolare contaminazione.

Finora abbiamo discusso delle strategie per prevenire l'ostruzione del nebulizzatore, ma le ostruzioni avvengono comunque. La prossima questione da affrontare è il modo in cui rimuovere tali ostruzioni. È importante ricordare che i nebulizzatori sono fragili, pertanto non dovrebbero mai essere sottoposti a ultrasuoni in un bagno a ultrasuoni o puliti con un filo di pulizia (nel caso di convenzionali nebulizzatori concentrici in vetro o dei nebulizzatori OneNeb). Per rimuovere un'ostruzione del nebulizzatore, effettuare il backflush del nebulizzatore utilizzando uno strumento di pulizia del nebulizzatore; questo approccio è molto efficiente e consente di forzare un po' della soluzione detergente, tipicamente metanolo, attraverso la punta del nebulizzatore. Anche senza uno strumento di pulizia, è possibile ottenere lo stesso effetto applicando un'aspirazione sul retro del nebulizzatore; per esempio, utilizzando i tubi della pompa peristaltica o mediante applicazione di una connessione per il vuoto sul retro del nebulizzatore. Nel caso di un deposito ostinato, si raccomanda di immergere il nebulizzatore per tutta la notte in acido nitrico concentrato.

Pulire il sistema di introduzione del campione

Come possiamo pulire ed effettuare la manutenzione degli altri componenti critici del sistema di introduzione del campione dei sistemi ICP-OES? Il primo componente da considerare è la camera di nebulizzazione. La camera di nebulizzazione ciclonica in vetro è probabilmente il tipo di camera di nebulizzazione più utilizzato attualmente su un sistema ICP-OES e nella maggior parte dei casi è in grado di funzionare in modo efficiente; tuttavia con il passare del tempo si può avere un accumulo di gocce sulle pareti della camera di nebulizzazione (Figura 3). In questo caso, la camera di nebulizzazione deve essere pulita immediatamente, in quanto la formazione di gocce influirà sulla precisione. L'approccio migliore per la pulizia della camera di nebulizzazione è di lasciarla immersa per tutta la notte (preferibilmente per 24 ore) in una soluzione detergente al 25% (Triton X-100, Decon, Fluka RBS 25 sono in grado di pulire efficacemente). Dopo la pulizia, la camera di nebulizzazione deve essere risciacquata e rimontata sullo strumento, pronta per la prossima analisi.

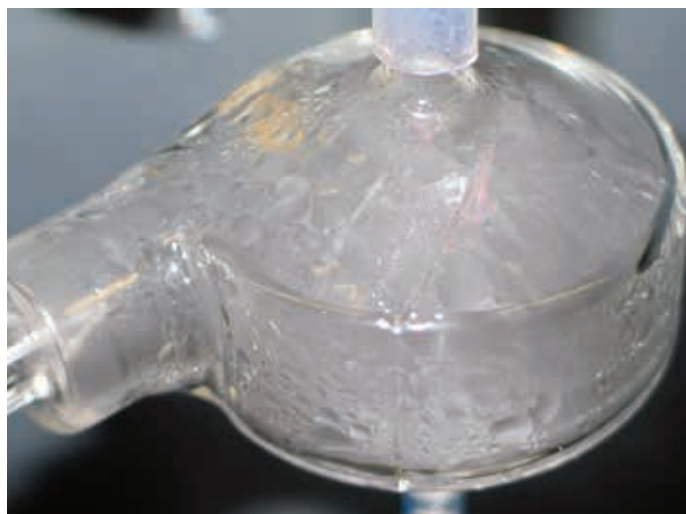


Figura 3.

Il prossimo componente da considerare è la torcia per lo strumento ICP-OES. Per pulire la torcia dello strumento ICP-OES Agilent Serie 5100, il tubo esterno deve essere immerso in acqua regia (una miscela di acido cloridrico e acido nitrico) per un'ora. Per questo scopo, Agilent offre un comodo supporto. Dopo la pulizia, risciacquare l'esterno e l'interno della torcia con acqua deionizzata e pompare del gas compresso (aria, azoto o argon) attraverso le tre porte di erogazione del gas per rimuovere qualsiasi residuo di liquido.

Per i sistemi meno recenti, come lo strumento ICP-OES Agilent Serie 700, il processo è praticamente lo stesso, tranne per il fatto che la torcia dovrebbe essere immersa tutta la notte per rimuovere possibili depositi. Di nuovo, dopo la pulizia risciacquare accuratamente per rimuovere qualsiasi residuo di liquido; in seguito è importante asciugare attentamente prima di reinserirla nello strumento.

Sugli strumenti ICP-OES serie 700, la torcia deve essere posizionata manualmente. Pertanto è importante controllare che sia inserita correttamente nel suo supporto: la distanza tra la bobina a RF e il tubo intermedio deve essere compresa tra 2 e 3 mm. Questo garantirà la corretta posizione per formazione del plasma ed eccitazione del campione efficienti. La procedura di routine per l'allineamento della torcia fornisce un altro mezzo per verificare che la torcia sia nella corretta posizione; questa routine permette di impostare il posizionamento della torcia in verticale e orizzontale, assicurando che dalla torcia lo strumento guardi nella regione di intensità maggiore (Figura 4). Questo può essere anche un modo molto utile per eseguire un rapido controllo delle prestazioni dello strumento, in quanto la massima intensità dovrebbe essere costante di giorno in giorno. Cambiamenti nella lettura dei valori di intensità per il campione forniscono un'indicazione di una potenziale ostruzione in qualche altra parte dello strumento. Analogamente, anche le impostazioni ideali per la posizione orizzontale e verticale della torcia devono rimanere più o meno costanti e, nuovamente, improvvisi cambiamenti potrebbero indicare un altro problema con la torcia.

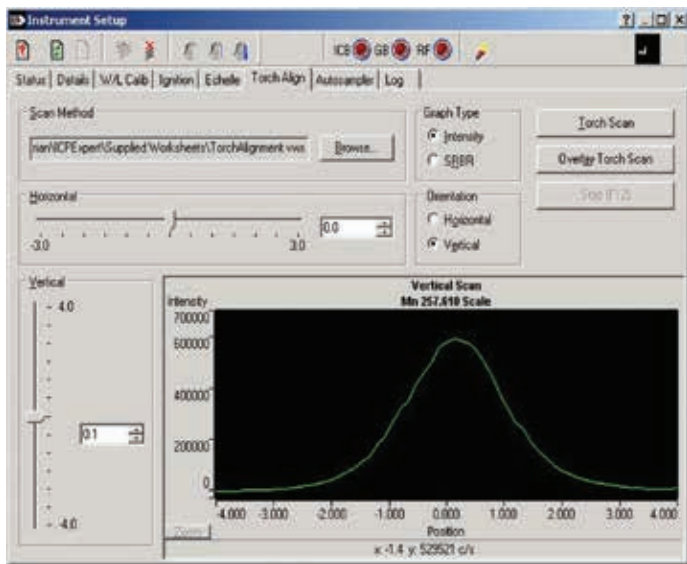


Figura 4.

Preparare gli standard accurati

Consideriamo ora un altro tipo di approccio per ottenere le migliori prestazioni dal nostro strumento: come preparare gli standard di calibrazione. Per una quantificazione accurata, abbiamo sempre bisogno di uno standard dalla composizione nota per la calibrazione dello strumento, in modo che possiamo misurare la sostanza incognita in un particolare campione. L'accuratezza dell'analisi dipende totalmente da come sono preparati gli specifici standard. Eventuali errori commessi o contaminazioni introdotte durante la preparazione porteranno a risultati imprecisi e ad altri problemi. Questo può portare a tempi di fermo macchina mentre si cerca di risolvere questi problemi. Si potrebbe dedicare del tempo per preparare nuovi standard e rimisurare i campioni; in questo modo lo strumento sarà in funzione per tempi più lunghi, portando a una sostituzione più rapida o prematura dei prodotti di consumo. Nel caso di un laboratorio accreditato, lo scenario peggiore sarebbe il fallimento di un audit e la perdita dell'accreditamento di laboratorio ISO. La posta in gioco è molto alta.

Per questo motivo consigliamo di lavorare con i materiali di riferimento certificati per la preparazione degli standard di calibrazione. Agilent offre tali materiali di riferimento certificati che sono prodotti secondo la norma ISO 9001, Guide ISO 34 e certificati in un laboratorio di analisi ISO 17025 (figura 5). In aggiunta, tutte le materie prime e i solventi vengono testati per le impurezze prima della preparazione. Gli standard sono tracciabili: sono certificati utilizzando protocolli di analisi ad alte prestazioni dal National Institute of Standards and Technology (NIST) negli Stati Uniti. Inoltre tutti gli standard Agilent o materiali di riferimento certificati sono direttamente riconducibili alla serie NIST 3100 dei materiali di riferimento standard. Gli standard sono privi di contaminazione perché sono confezionati in flaconi



Figura 5.

[Fare clic per visualizzare la brochure](#)

in polietilene ad alta densità, pre-puliti e ad alta purezza, sigillati per evitare qualsiasi possibilità di contaminazione durante la spedizione. La maggior parte ha una durata da 18 a 24 mesi, supportati da studi di stabilità a breve e a lungo termine e con accurata conferma inclusa. L'analisi delle impurezze è eseguita utilizzando un sistema ICP-MS Agilent e i livelli di impurezze effettivi sono indicati per un massimo di 68 impurezze in tracce. Sono disponibili standard a singolo e multi-elemento che coprono un'ampia gamma di concentrazioni differenti adatte per l'uso sia con strumenti ad assorbimento atomico, che ICP-OES e ICP-MS. È anche disponibile una gamma completa di standard metallo-organici per i laboratori che, per esempio, misurano campioni di oli o biodiesel. È inoltre disponibile una gamma di standard di calibrazione e tuning per la strumentazione Agilent e PerkinElmer. È possibile seguire dei semplici passaggi per migliorare la preparazione degli standard e l'accuratezza. In primo luogo, assicurarsi che gli standard non abbiano superato la data di scadenza e di lavorare con pipette calibrate e matracci tarati di classe A. Periodicamente, è buona prassi verificare la precisione e la riproducibilità delle pipette e assicurarsi di eseguire una serie di piccole diluizioni piuttosto che un'unica grande, per ottenere la migliore accuratezza generale. Successivamente, considerare la concentrazione degli standard. Standard a bassa concentrazione hanno una vita definita: se si lavora con concentrazioni di ppb e sub-ppb, si consiglia di preparare nuovi standard da una soluzione stock a concentrazione maggiore ogni volta che si esegue un'analisi. Come si conservano gli standard? I vessel di plastica, in particolare in PFA o FEP, garantiscono una migliore stabilità, ma questo è vero solo se non si dimentica di stabilizzare gli standard durante la preparazione aggiungendo acido extra.

Oltre alla preparazione di standard accurati, abbiamo bisogno di considerare degli approcci che riducono il potenziale di contaminazione. La contaminazione può provenire da qualsiasi cosa che entra in contatto con il campione durante la conservazione, digestione, diluizione o analisi. Quali sono i principali approcci? In primo luogo, controllare la purezza dei reagenti: a questo scopo, il certificato di analisi può davvero aiutare. Il certificato di analisi per un materiale di riferimento certificato Agilent evidenzia tutte le impurezze potenziali e le effettive concentrazioni riportate per quelle particolari impurezze. Questo consente di vedere immediatamente se è probabile che un particolare reagente o standard possa creare un problema per l'analisi. Quali potrebbero essere altre cause di contaminazione? Potrebbe essere l'acqua per reagenti utilizzata nel laboratorio. È bene ricordare che i contenitori in plastica, contenitori in FEP o PFA, sono preferiti poiché possono contribuire a ridurre la probabilità di contaminazione, in particolare da vetro borosilicato. Molti analisti in laboratorio lavorano con puntali per pipette colorati, ma questi ultimi possono anche introdurre livelli significativi di contaminazione, in particolare a causa dello zinco, cadmio, rame e ferro. Di conseguenza, è meglio lavorare con puntali di colore naturale per ridurre la possibilità di contaminazione.

Non trascurare i tubi della pompa

Un'altra area che potrebbe creare dei problemi è rappresentata dai tubi della pompa peristaltica, fondamentali per ottenere le migliori prestazioni dalla strumentazione. Idealmente i tubi di scarico dovrebbero avere un diametro interno maggiore rispetto ai tubi del campione per assicurare una rimozione efficiente del liquido di scarico dal sistema di introduzione del campione (Figura 6). I tubi devono anche essere resistenti al solvente utilizzato. I tubi in PVC sono adatti per la maggior parte di tipi di campioni digeriti con acido, ma quando si lavora con un solvente organico è necessario prestare maggiore attenzione alla compatibilità chimica, e potrebbe essere necessario lavorare con tubi Viton o Marprene per garantire la resistenza ai solventi. È sempre buona pratica pulire i tubi nuovi per rimuovere una possibile contaminazione e i tubi devono essere sostituiti regolarmente. I tubi vecchi della pompa possono causare vari problemi, in particolare in termini di precisione, stabilità e deriva. Come linea guida generale, se lo strumento è operativo cinque giorni alla settimana, i tubi dovrebbero essere sostituiti almeno una volta alla settimana. È importante, una volta terminata l'analisi, togliere i tubi dal supporto della pompa, rilasciare la pressione e rimuovere i tubi dalla pompa. In questo modo i tubi potranno rilassarsi e recuperare la forma. Prima di rimontarli sullo strumento, avvolgere i tubi attorno alle dita per determinare se presentano eventuali zone appiattite. Se è evidente che sono usurati o allungati (figura 7), assicurarsi di sostituirli immediatamente.

Tubo di scarico con
linguette blu/blu, 1,65
mm diametro interno



Tubi del campione
con linguette
bianche/bianche,
1,03 mm diametro
interno

Figura 6.



Figura 7.

Infatti, se si hanno dei dubbi, sostituirli immediatamente. Un flusso irregolare del liquido nel sistema di introduzione del campione può verificarsi se sui tubi della pompa non è stata applicata la pressione corretta. È importante non stringere i tubi eccessivamente: è più che sufficiente che il pompaggio sia fluido ed efficiente. Se si vedono delle bolle nel flusso del liquido è bene controllare che non ci siano connettori allentati o una perdita in un punto del sistema. Un flusso non uniforme del liquido attraverso il nebulizzatore indica la presenza di un'ostruzione in qualche parte del sistema di introduzione del campione. È quindi necessario controllare se i componenti devono essere puliti.

È importante, alla fine dell'analisi, seguire alcuni semplici passaggi per ottenere una migliore durata utile dei tubi della pompa e ridurre anche le possibilità di ostruzione del nebulizzatore o dell'iniettore. Assicurarsi di aspirare per alcuni minuti una soluzione adatta di lavaggio, prima di spegnere il plasma. Questo aiuterà a prevenire eventuali depositi del campione sulla punta del nebulizzatore. Il plasma può essere spento dopo essersi assicurati di avere pompato fuori eventuali residui di liquido dai tubi della pompa e dal sistema di introduzione del campione. Successivamente, è possibile rimuovere i tubi dalle barre di pressione sullo strumento e rimuovere i fermi dalle fessure di sicurezza in modo tale che i tubi non siano più tesi sopra i rulli nella pompa e possano così recuperare la loro forma. Svuotare quindi il vessel dei reflui e lasciare lo strumento in modalità stand-by, in modo da minimizzare i tempi di avvio.

Controllare la sensibilità analitica

Esaminiamo ora la calibrazione delle lunghezze d'onda. Questa è una procedura che dovrebbe essere condotta periodicamente, tipicamente una volta al mese circa. Si tratta di un processo che permette allo strumento di correlare il posizionamento effettivo dei segnali di emissione ai pixel effettivi sul chip del rivelatore. A questo scopo si consiglia di lavorare con la soluzione Agilent già preparata di calibrazione delle lunghezze d'onda, in quanto questo esclude la possibilità che manchino dei componenti, offrendo una migliore riproducibilità abbinata alla praticità di una soluzione pre-miscelata. Se si osserva un valore di calibrazione delle lunghezze d'onda che è tipicamente <100%, la prima cosa da considerare è se il campione ha raggiunto il plasma. Il successivo passaggio è quello di verificare che lo spurgo potenziato dell'ottica sia abilitato e stabile. In molti casi è spesso la prima cosa a essere dimenticata: lo spurgo potenziato non è stato tenuto acceso per un tempo sufficientemente lungo, portando alla perdita di alcune delle lunghezze d'onda nella regione UV.

Oltre alle procedure di routine per la calibrazione delle lunghezze d'onda, esistono molti altri approcci che si possono utilizzare per controllare la salute di un determinato strumento. L'attuale software, che è disponibile per gli strumenti ICP-OES Agilent, è dotato di schermata video che indica lo stato delle funzioni attuali dello strumento ed evidenzia immediatamente se ci sono particolari problemi (Figura 8).

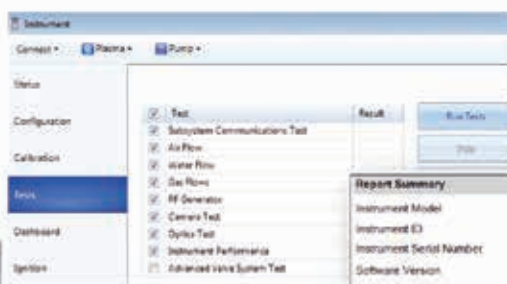
In aggiunta, grazie al software è possibile eseguire dei test di prestazione in qualsiasi momento; questo può essere un modo pratico per verificare che lo strumento stia funzionando correttamente. È possibile decidere di non eseguire l'intera sequenza dei test: basta selezionare solo quelli desiderati. Per esempio, concentrandosi sui test di prestazione dello strumento è

possibile vedere immediatamente se ci sono potenziali problemi con la sensibilità o la precisione, che potrebbero indicare un possibile problema del sistema di introduzione del campione. È un modo molto rapido e pratico per controllare lo stato dello strumento prima di avviare un'analisi a lungo termine.

Lo strumento è dotato di vari altri sensori che possono essere molto utili quando si eseguono procedure di diagnosi o di risoluzione dei problemi. Gli indicatori mostreranno immediatamente se ci sono particolari problemi; per esempio, controllando la contropressione del nebulizzatore è possibile capire subito se iniziano a formarsi degli accumuli nel nebulizzatore. Non appena l'accumulo o l'ostruzione inizia a formarsi, la contropressione nel nebulizzatore incomincerà a salire. A questo punto, lo strumento lo segnalerà all'operatore e arresterà l'analisi se si raggiungono livelli troppo alti; ma anche prima che questo accada, è sempre possibile effettuare dei controlli periodicamente mediante la dashboard per verificare la salute dello strumento. Troverai un test del nebulizzatore che permette di testare le prestazioni del nebulizzatore prima di avviare l'analisi.

Un'altra sfida, particolarmente per un utente poco esperto, è sapere quali lunghezze d'onda utilizzare per lo sviluppo metodi. Ancora una volta, nella strumentazione sono disponibili delle funzioni software che possono aiutare a semplificare questo processo. Fra quelle più importanti troviamo la funzione software Intelliquant per il sistema ICP-OES Agilent 5110. Questa funzione permette di analizzare un campione e creare una mappa di calore che evidenzia le concentrazioni relative di tutti gli elementi che sono stati trovati (Figura 9). Da un punto di vista dello sviluppo metodi questo è estremamente utile. Lo strumento Intelliquant fornisce inoltre un'indicazione delle concentrazioni di quegli analiti particolari che possono essere osservati mediante lo spettro visualizzato per l'utente.

L'Instrument monitor a video mostra le principali funzioni dello strumento e mette in evidenza problemi o errori.



Report Summary	
Instrument Model	Agilent 5100S/110 S/N/01 HCP/OES
Instrument ID	08010A/08014A
Instrument Serial Number	AU15200409
Software Version	7.3.0.8/55
Firmware Version	3354
Tested By	Ross, J
Test Completed On	9/27/2016 4:41:32 PM
Result Summary	
Subsystem Communications Test	Pass
Air-Flow Test	Pass
Water Flow Test	Pass
Gas Flow Test	Pass
RF Generator Test	Pass
Camera Test	Pass
Optics Test	Pass
Atomized Valve System Test	Skipped
Revolution Test	Pass
Sensitivity Test	Pass
Precision Test	Pass

È anche possibile controllare le prestazioni e lo stato dello strumento conducendo dei test automatizzati.

Figura 8.

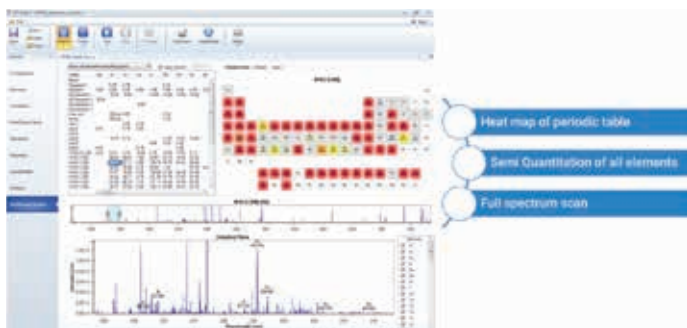


Figura 9.

Per aiutarti con la quantificazione quando utilizzi questo strumento, Agilent offre una gamma di standard di calibrazione che vengono utilizzati con la procedura IntelliQuant per garantire una migliore precisione. Questi standard sono disponibili in un kit, ma possono anche essere acquistati singolarmente. L'acquisizione di questi standard migliorerà la quantificazione della calibrazione predefinita per offrire un'accuratezza migliore quando si utilizza il software. Sebbene questa funzionalità del software non sia supportata per le versioni precedenti degli strumenti ICP-OES Agilent Serie 700, gli standard IntelliQuant possono essere usati con i fogli di lavoro semi-quantitativi per fornire funzionalità simili.

Un'altra sfida comune che molti utenti devono affrontare è la misurazione di campioni a bassa concentrazione. Come è possibile ottenere una maggiore sensibilità per questi analiti a bassa concentrazione?

Una cosa molto semplice che si può fare è utilizzare un tempo di lettura più lungo durante le letture in duplicato. Passare da una lettura di 1 secondo a una di 5 secondi può fornire una determinazione più precisa del segnale e, naturalmente, utilizzare un tempo di lettura ancora più lungo permetterà di ottenere una determinazione più accurata del campione. È così possibile ottenere un miglioramento significativo del limite di rivelabilità.

Un altro approccio è quello di cambiare il tipo di camera di nebulizzazione montata sullo strumento. Passando a un design a singolo passo, privo di deflettore interno, si migliorerà l'efficienza di trasporto del campione e di conseguenza si avrà più campione nel plasma e un miglioramento significativo sia del segnale che dei limiti di rilevabilità. Come mostrato per arsenico, selenio e piombo, passare a una camera di nebulizzazione a singolo passo può risultare in un miglioramento fino a due volte del limite di rivelabilità (Figura 10).

Per gli elementi che formano idruri, in particolare elementi come arsenico, selenio e mercurio, è possibile passare a un [sistema multimodale di introduzione del campione \(MSIS\)](#). Si tratta di una camera di nebulizzazione che utilizziamo con i sistemi ICP-OES e al plasma a microonde che offre la capacità di ottenere una determinazione simultanea di elementi di routine e di elementi che formano idruri; il che significa preparare un unico campione digerito e potenzialmente misurare tutti gli elementi da quell'unico

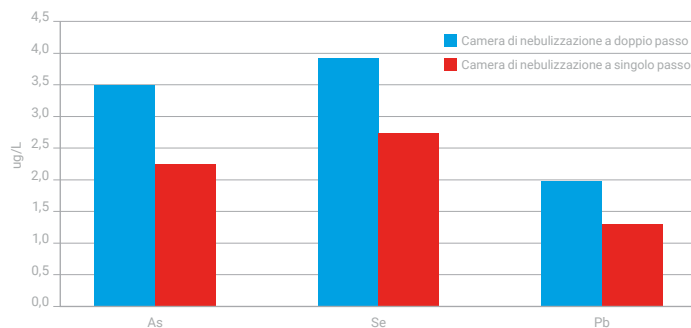


Figura 10. Limiti di rivelabilità in visione assiale a 30 secondi.

digerito (Figura 11). E' necessaria una pompa a quattro canali per poter lavorare con questo dispositivo. In alternativa, si può utilizzare una pompa peristaltica indipendente in mancanza di una pompa a quattro canali sullo strumento. Il campione viene pompato attraverso il nebulizzatore nel modo convenzionale per condurre le determinazioni degli elementi di routine. Per gli elementi che formano idruri pompamo parte del campione attraverso il fondo della camera di nebulizzazione e pompamo un riducente adatto attraverso la parte superiore della camera di nebulizzazione. Il campione e il riducente si combinano tra loro consentendo di formare l'idruro o di separare chimicamente l'analita dalla matrice. Il vapore dell'idruro passa poi nel plasma insieme con l'aerosol del campione rendendo possibile una determinazione simultanea.

Quale è il fine di tutto questo? Il vantaggio è un miglioramento del limite di rivelabilità, particolarmente per quegli elementi più difficili dove generalmente si ha una bassa sensibilità; elementi come arsenico, selenio, antimonio, mercurio. Lavorare con un sistema MSIS può offrire un miglioramento di un ordine di grandezza nel limite di rivelabilità; ovvero, per l'intervallo fino a livelli sub-ppb, significa una determinazione più accurata di tali analiti. Il limite di rivelabilità di altri elementi rimane relativamente inalterato, permettendo di ottenere buone prestazioni per tutti gli elementi di routine e miglioramenti significativi per gli elementi più difficili.

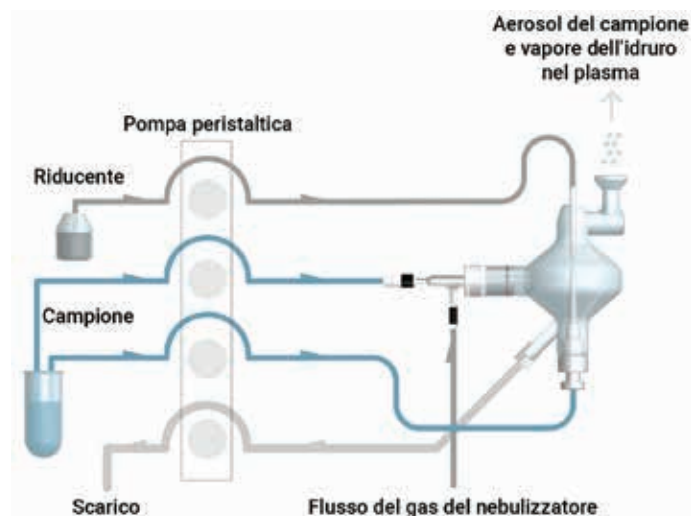


Figura 11. Come funziona il sistema MSIS

Manutenzione ordinaria

Ecco alcuni programmi di manutenzione consigliati per essere sicuri di ottenere le migliori prestazioni dagli strumenti ICP-OES:

Giornalmente: controllare il sistema di scarico e le pressioni del gas argon, controllare il sistema di introduzione del campione per la presenza di potenziali ostruzioni nell'iniettore, torcia o nebulizzatore. Controllare i tubi della pompa peristaltica per verificare un allungamento eccessivo o la presenza di eventuali zone appiattite ed eseguire un controllo visivo della camera di nebulizzazione per escludere la presenza di eventuali accumuli di gocce di liquido all'interno e per assicurarsi che lo svuotamento avvenga in modo fluido ed efficiente.

Settimanalmente: pulire i componenti di introduzione del campione, come il coperchio della torcia o il cono pre-ottica sull'ICP assiale e controllare il livello di acqua nel chiller utilizzato con lo strumento ICP-OES.

Mensilmente: pulire la camera di nebulizzazione e il nebulizzatore e, nel processo, controllare tutti gli altri tubi di trasferimento per accertarsi che siano in buone condizioni, sostituendo i componenti usurati. Ispezionare i filtri dell'aria sullo strumento e sul chiller per assicurarsi che siano puliti, rimuovendo qualsiasi eccesso di polvere o sporcizia accumulatasi, in modo da garantire un raffreddamento efficace dello strumento e del sistema di raffreddamento ad acqua. Il filtro dell'acqua dello strumento deve essere pulito periodicamente e potrebbe essere necessario cambiare i filtri dell'argon. In molti casi, questi lavori sono stati completati da un tecnico di assistenza Agilent come parte di un programma di manutenzione preventiva; se si possiede un contratto di assistenza potrebbe non essere necessario svolgere queste attività.

Altri problemi comuni

Le domande riguardanti i problemi di accensione del plasma sono frequenti. In generale, la causa più comune per un problema di accensione del plasma è un'infiltrazione di aria nel sistema di introduzione del campione. È bene controllare per verificare eventuali raccordi allentati, eventuali componenti danneggiati o raccordi che forse non sono stati montati correttamente sullo strumento (particolarmente per gli strumenti più vecchi). Sugli strumenti attuali come ICP-OES serie 5100 questo non è più un problema perché i collegamenti sono effettuati automaticamente. Per lo stesso motivo, verificare il posizionamento della torcia sugli strumenti di vecchia generazione, semplicemente per verificare che tutto sia in ordine. Un altro problema comune è che, nel caso in cui sia stato utilizzato il pulsante per l'arresto di emergenza sullo strumento, è necessario resettarlo manualmente, altrimenti l'accensione del plasma sarà inibita.

Un'altra domanda comune riguarda l'effetto memoria tipicamente osservato durante la misurazione di concentrazioni elevate (Figura 12). Lo si osserva con una gamma di elementi comuni tra cui boro, mercurio, molibdeno, stronzio e zinco dove il primo replicato su un campione a bassa concentrazione è elevato e poi le letture successive sono molto più basse, portando a problemi di

precisione. Per risolvere questo problema, assicurarsi di utilizzare una soluzione di lavaggio acidificata in matrice e di lavorare con un adeguato tempo di risciacquo, di almeno 30 secondi per la maggior parte delle applicazioni. In caso di altri problemi al riguardo, ci sono altri metodi che è possibile utilizzare, ad esempio si può utilizzare la funzionalità smart rinse del software per ottimizzare e monitorare il lavaggio di un particolare analita. Si potrebbe passare a una valvola di commutazione, per contribuire a migliorare le caratteristiche di lavaggio, oppure utilizzare un diverso tipo di camera di nebulizzazione con migliori caratteristiche di lavaggio.

Se si sta lavorando con un autocampionatore sullo strumento ICP-OES, è necessario prendere in considerazione potenziali problemi. Per esempio, la necessità di un tubo di trasferimento più lungo che collega i due sistemi può creare più problemi, quali un tempo di prelievo più lungo o problemi di effetto memoria. Idealmente, si deve cercare di ridurre al minimo il ritardo del prelievo mediante pompaggio veloce. Lavorare con una sonda adatta. Se si analizzano campioni con alti livelli di solidi disciolti o campioni più viscosi, è necessario utilizzare una sonda con foro più ampio sullo strumento per fare in modo che non ci sia alcuna ostruzione nella sonda.

Considerare inoltre la possibilità che qualcosa accada ai campioni quando si trovano nell'autocampionatore in attesa di analisi. Potrebbe essere una contaminazione da polvere o sporcizia presente nel laboratorio, o potrebbe essere un'evaporazione del campione che conduce a preconcentrazione dello stesso. Potrebbe anche essere il campione che precipita nella provetta in attesa dell'analisi. Considera questi problemi e adotta approcci adatti per risolverli.

Infine, consigliamo vivamente agli utenti di avere componenti per l'introduzione del campione di ricambio per contribuire a mantenere il funzionamento dello strumento ICP-OES. Componenti quali tubi di ricambio, torce, nebulizzatori e camere di nebulizzazione consentiranno di mantenere lo strumento in esecuzione nel caso di ostruzione o danno ad alcuni di quei particolari componenti. Avere una parte di ricambio a portata di mano significa poter sostituire tale componente e continuare l'analisi mentre il problema iniziale viene risolto. Agilent offre una vasta gamma di kit di prodotti di consumo per la strumentazione ICP-OES e questo può essere un modo comodo per avere i prodotti di consumo essenziali a disposizione per sostenere le operazioni di routine dello strumento. Questi kit sono disponibili per lo strumento ICP-OES serie 5100 (Figura 13) così come per gli strumenti di vecchia generazione come quelli della serie 700.

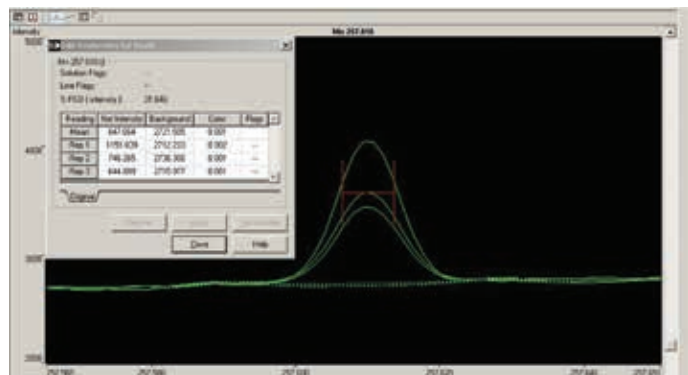


Figura 12.

Componenti del kit di prodotti di consumo operativi
1 torcia smontabile Easyfit con 2 tubi esterni di ricambio
4 confezioni di tubi della pompa (per campione + scarico)
1 confezione di tubi e connettori per pompa standard interni
Nebulizzatore SeaSpray (serie U)
1 confezione di connettori di campionamento Unifit per nebulizzatore con diametro interno da 0,75mm
1 x connettore per gas Ezylok per nebulizzatore
Camera di nebulizzazione tipo twister con guarnizione Helix
1 confezione connettori Unifit per drenaggio della camera di nebulizzazione
Pinza per torcia di ricambio per l'attacco a giunto sferico della camera di nebulizzazione
Finestra pre-ottica di ricambio (il kit assiale include una finestra extra per la visione radiale)
O-ring di ricambio o rondella per la finestra pre-ottica
Tubi capillari per l'ingresso del campione
Tubi di erogazione del gas del nebulizzatore
Tubi di drenaggio per camera di nebulizzazione con 2 x connettori portagomma
Tubi di drenaggio per vassoio di raccolta dello strumento
1 confezione di guarnizioni Helix per ingresso del nebulizzatore nella camera di nebulizzazione

Figura 13.

Risorse

[pagina delle risorse ICP-OES](#)

[Video di risoluzione dei problemi](#)

[Forum di assistenza email ICP-OES Agilent PlasmaNet](#)

[Guida di riferimento rapido 5100/5110 ICP-OES](#)

[Parti e prodotti di consumo per sistemi ICP-OES \(Online Store\)](#)

[Note applicative per la spettroscopia atomica Agilent](#)

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

[Standard inorganici e metallo-organici Agilent per la spettroscopia atomica](#)

[Catalogo dei prodotti di consumo Agilent per i sistemi ICP-OES e ICP-MS PerkinElmer](#)

[Panoramica tecnica MSIS Agilent](#)

[Webinar registrati di Agilent per la spettroscopia atomica](#)

Riepilogo

La strumentazione ICP-OES Agilent è solo uno dei sistemi di spettroscopia atomica Agilent disponibili. Agilent è in grado di fornirti uno strumento per qualsiasi tipo di applicazione, sia che si tratti di assorbimento atomico tradizionale, di sistemi ICP-OES, ICP-MS (compreso il relativamente nuovo sistema ICP-MS a triplo quadrupolo) o di sistemi al plasma a microonde.

In questa presentazione, abbiamo cercato di delineare le sfide particolari che possono presentarsi nel tuo laboratorio. Abbiamo messo in evidenza come la maggior parte delle potenziali cause di fallimento o di fermo macchina non pianificati nel laboratorio possono essere fatte risalire a problemi nel sistema di introduzione del campione. Concentrando quindi la manutenzione nella zona di introduzione del campione, è possibile ridurre il rischio di tempi di fermo non pianificati. Abbiamo anche incluso alcune linee guida e procedure di manutenzione da utilizzare per impostare le procedure operative standard di laboratorio che contribuiranno a prevenire che questi tipi di problemi si ripresentino.

Informazioni sull'autore

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



Eric nel 1985 si è laureato in Chimica alla Monash University di Melbourne, Australia. È entrato in Varian nel 1988 e ha ricoperto numerosi ruoli, tra cui Product Manager per l'assorbimento atomico, Field Sales/Applications Specialist per l'Europa, 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. Ha più di 30 anni di esperienza nelle tecniche di spettroscopia atomica, lavora presso lo Spectroscopy Technology Innovation Centre a Melbourne, Australia.

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Stampato negli Stati Uniti, 11 aprile 2019
5994-08591TE

