

Увеличьте производительность и время работы оборудования ИСП-ОЭС

Советы, подсказки и рекомендации, которые помогут вам оптимизировать рабочие характеристики приборов ИСП-ОЭС и обеспечить надежность и достоверность методик и мероприятий по техническому обслуживанию.



Автор

Эрик Ванклай (Eric Vanclay), менеджер по маркетингу расходных материалов для спектроскопии, Agilent Technologies, Австралия

Введение

Компания Agilent Technologies провела независимый глобальный опрос среди руководителей лабораторий с основной целью выяснить «болевые точки» лабораторий и приборов и разработать стратегии для решения проблем. Вторичной целью было обнаружение ключевых различий в отношении работы приборов с точки зрения руководителей лабораторий. Опрос проводился фирмой Frost & Sullivan и охватывал 700 человек из четырех стран: Германия, Великобритания, США и Китай; участники опроса отличались опытом, размером компании, должностью и основными должностными обязанностями. Основные результаты исследования представлены на сайте:

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

Из опроса стало ясно, что большинство пользователей хотят сократить объемы технического обслуживания и время простоя, а также улучшить общий порядок работы в лаборатории. Соответственно, в данной статье будут изложены советы, которые помогут максимально улучшить производительность ИСП-ОЭС, и будут описаны наиболее частые проблемы, с которыми сталкиваются лаборатории.

Предотвращение засорения распылителя

Как можно уменьшить или предотвратить засорение распылителя? Следует помнить, что при распылении проб скорость потока обычно относительно низкая. Это означает, что тонкий капилляр, через который проба поступает в распылительную камеру, обладает ограниченной стойкостью к нерастворенным твердым частицам и крупным частицам. Поэтому при анализе сложных проб существует высокий риск засорения как проточной части, так и капилляров распылителя, что приводит к проблемам чувствительности. Как с этим можно бороться? Во-первых, что наиболее важно, следует убедиться, что система ввода проб промывается подходящих холостым реактивом перед гашением плазмы. Это предотвратит отложение осадков в самом распылителе. Во-вторых, следует проанализировать стратегии подготовки проб: фильтрация или центрифугирование проб для удаления частиц поможет предотвратить засорение распылителя. При работе со сложными пробами использование автосамплера в закрытом корпусе также поможет предотвратить попадание пыли или грязи в пробы, пока они находятся на хранении в ожидании анализа. Помимо этого, регулировка высоты зонда автосамплера таким образом, чтобы отбор проб проводился выше уровня растворенных твердых частиц или осадка, поможет уменьшить вероятность засорения распылителя. Всегда лучше принимать превентивные меры.

Другим подходом к уменьшению вероятности засорения распылителя, в частности при работе со сложными пробами, станет использование аргонового увлажнителя в качестве дополнительного оборудования (Рисунок 1, изображение справа). Тонкие трубки внутри флакона являются проницаемыми мембранами. При наполнении флакона деионизированной водой проницаемая мембрана позволяет воде увлажнять газ распылителя. Влажный газ, протекающий через распылитель, поможет снизить вероятность возникновения засоров из-за накопления солей и, соответственно, снизить величину дрейфа результатов. На Рисунке 1 (изображение справа) показан пример анализа сложной пробы: 25% хлорида натрия в течение четырех часов с непрерывной аспирацией — использование системы

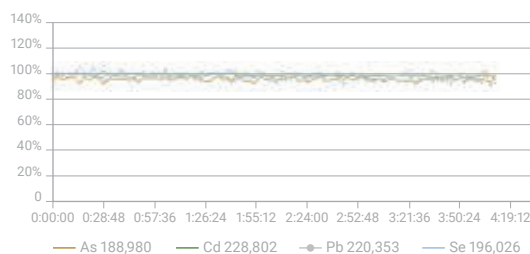


Рис. 1.

ввода проб, подходящей для проб с высоким содержанием растворенных твердых частиц, включая аргоновый увлажнитель. Достигается долгосрочная стабильность с точностью < 2,5% в течение всего периода испытания.

Третий подход для снижения или предотвращения засорения распылителя — это фильтрация проб перед анализом. Многие пользователи отказываются от этого подхода из-за его влияния на производительность. Однако именно он является наиболее предпочтительным. На Рисунке 2 наглядно показаны преимущества применения шприцевых фильтров Agilent Captiva для достижения результата достаточно всего четырех простых шагов.

Помимо добавления этапа фильтрации проб, для повышения точности результатов и в то же время для уменьшения вероятности засорения распылителя при подготовке проб следует помнить еще о некоторых вещах. Необходимо оценить, является ли применяемая процедура минерализации наиболее подходящей. Проводится ли количественная экстракция и растворение аналитов? Во многих случаях применяемая процедура минерализации может обеспечить лишь частичную экстракцию, и существует вероятность того, что некоторые летучие аналиты могут быть потеряны во время минерализации. В этом случае следует взять государственный стандартный образец, предпочтительно в твердом состоянии, и провести с ним процедуры пробоподготовки и анализа. Таким образом мы сможем проверить, происходит ли на этапах



Перед набором пробы наберите в шприц приблизительно 1 мл воздуха. Это позволит свести к минимуму задержку жидкости.

Наберите в шприц пробу, затем наберите еще приблизительно 1 мл воздуха. Переверните шприц и вытрите остатки жидкости с его кончика.

Подсоедините фильтр к шприцу с помощью люэровского соединителя. Аккуратно поверните, чтобы обеспечить герметичность.

Отфильтруйте содержимое шприца в пробирку. После этого снимите шприцевой фильтр, наберите в шприц воздух, подсоедините заново шприцевой фильтр и нажмите на поршень для фильтрации остатков пробы. Это позволит максимально извлечь весь объем пробы.

Рис. 2.

минерализации потеря анализа. Помимо этого, необходимо проверить, сохраняется ли стабильность процесса минерализации или же наблюдается образование осадков, взвеси или загрязнений. Для проверки используют холостой реактив. В идеале холостой реактив следует включать в каждую партию проб; т. е. провести процедуру пробоподготовки с чистой водой. Ожидаемые результаты определения для пробы чистой воды должны быть очень близкими к нулю. Если в этой пробе наблюдаются более высокие значения какого-либо анализа, следует подозревать возможное загрязнение и провести дальнейшие расследования для выявления его источника.

Итак, мы рассмотрели стратегии по профилактике засорения распылителя, однако полностью избежать засоров невозможно. Поэтому дальше мы рассмотрим способы их устранения. Важно помнить, что распылители являются хрупким устройством, поэтому нельзя проводить их ультразвуковую обработку в ультразвуковой бане или очищать с помощью проволочного очистителя (в случае стандартных стеклянных концентрических моделей или распылителей OneNeb). Для удаления засора распылителя проведите его обратную продувку с помощью специального устройства для очистки распылителя; такой подход очень эффективен и позволяет пропустить раствор чистящего средства (обычно метанола) через наконечник распылителя. Даже без устройства для очистки распылителя можно достичь такого же эффекта, создав пониженное давление на задней части распылителя; например, при помощи перистальтического насоса или подключив к задней части распылителя вакуумный насос. При наличии в распылителе трудноудаляемых отложений рекомендуется замочить распылитель в растворе концентрированной азотистой кислоты на ночь.

Очистка системы ввода проб

Как проводить очистку и техобслуживание критически важных компонентов системы ввода проб ИСП-ОЭС? В первую очередь следует уделить внимание распылительной камере. Чаще всего в современных системах ИСП-ОЭС используется стеклянная распылительная камера циклонного типа, которая обеспечивает достаточную эффективность работы, но со временем на ее стенках могут собираться капли (Рисунок 3). В этом случае следует сразу же провести очистку распылительной камеры, поскольку образование капель будет влиять на точность. Для очистки распылительной камеры рекомендуется замочить ее на ночь (предпочтительно на 24 часа) в 25% растворе мощного средства (Triton X-100, Decon, Fluka RBS 25 обеспечивают эффективную очистку). После очистки промойте камеру и установите в прибор, подготовленный к следующему анализу.

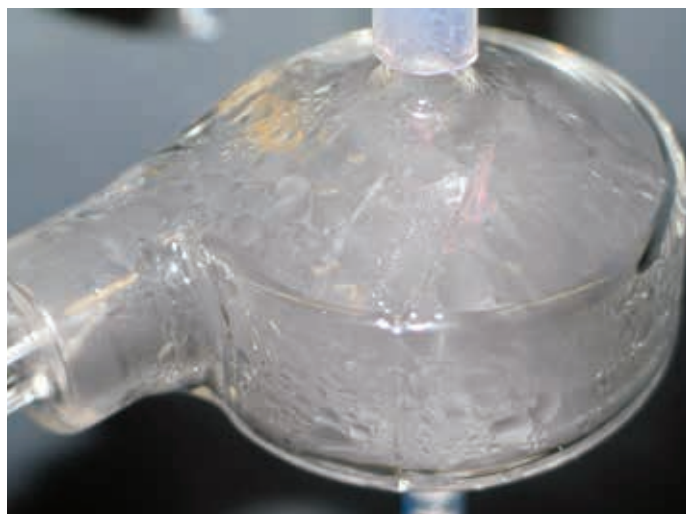


Рис. 3.

Следующий важный компонент — горелка прибора ИСП-ОЭС. Для очистки горелки прибора ИСП-ОЭС Agilent серии 5100 замочите внешнюю трубку в царской водке (смеси соляной и азотной кислоты) на один час. В ассортименте компании Agilent представлена специальная подставка для очистки. После очистки промойте внутреннюю и наружную поверхность горелки деионизированной водой и прокачайте через три порта подачи газа сжатый газ (воздух, азот или аргон) для удаления оставшейся жидкости.

Для более старых систем, например прибора ИСП-ОЭС Agilent серии 700, процесс очистки практически такой же, за исключением того, что горелку следует замочить на ночь для удаления всех отложений. После очистки тщательно промойте горелку для удаления оставшейся жидкости и, что не менее важно, высушите перед установкой в приборе.

В приборах ИСП-ОЭС серии 700 горелку нужно позиционировать вручную, поэтому после размещения горелки в держателе необходимо проверить настройки: расстояние между радиочастотной катушкой и средней трубкой должно составлять 2–3 мм. Это обеспечит правильное расположение для эффективного образования плазмы и возбуждения пробы. Процедура юстировки горелки также дает возможность убедиться, что горелка находится в правильном положении. Эта процедура позволяет задать вертикальное и горизонтальное положение горелки и убедиться, что прибор направлен на зону самой высокой интенсивности горелки (Рисунок 4). Также эта процедура может быть полезна для проведения быстрой проверки производительности прибора, поскольку максимальная интенсивность в разные дни должна быть постоянной. Любые изменения результатов измерения интенсивности пробы указывают, что в приборе присутствует возможное засорение. Аналогично, идеальные настройки горизонтального и вертикального положения горелки должны оставаться по большей части постоянными, а их внезапные изменения указывают на проблемы с горелкой.

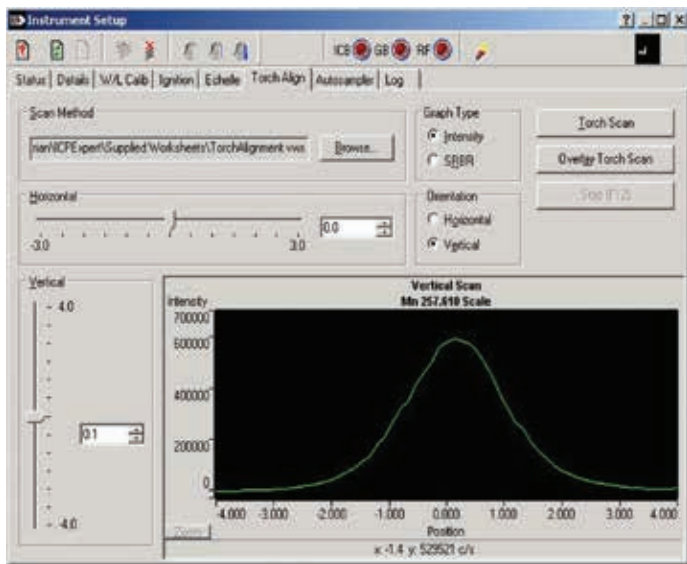


Рис. 4.

Подготовка точных стандартов

Давайте рассмотрим еще один подход, который позволит достичь наилучшей производительности прибора — подготовку калибровочных стандартов. Для проведения точного количественного анализа необходим стандарт известного состава для калибровки прибора, чтобы измерить неизвестные концентрации вещества в конкретной пробе. Точность анализа полностью зависит от того, насколько хорошо приготовлен определенный стандарт. Любые допущенные ошибки или загрязнения, внесенные в процессе приготовления, могут привести к получению неточных результатов и другим проблемам. Это может стать причиной простой прибора во время поиска и устранения неисправностей. Вы можете потратить время на приготовление свежих стандартов и повторное измерение проб, но в результате прибор будет работать дольше, что приведет к более скорой или досрочной замене расходных материалов. Если вы работаете в аккредитованной лаборатории, наихудшим сценарием может стать непрохождение аудита и потеря аккредитации ISO. Ставки очень высоки.

Поэтому мы рекомендуем при подготовке калибровочных стандартов работать с государственными стандартными образцами. Компания Agilent предлагает государственные стандартные образцы, которые изготовлены в соответствии с руководством № 34 ISO 9001 и сертифицированы в испытательной лаборатории, работающей в соответствии с ISO 17025 (Рисунок 5). Кроме этого, все сырье и растворители тестируются на наличие примесей перед приготовлением. Обеспечена прослеживаемость стандартов; они сертифицированы с использованием высокоэффективных протоколов испытаний Национального института стандартов и технологий (NIST) в Соединенных Штатах Америки, и все стандарты компании Agilent или государственные стандартные образцы прослеживаются до государственных стандартных образцов NIST серии 3100. Стандарты не содержат загрязнений, поскольку они упакованы в предварительно очищенные, высокочистые флаконы



[Нажмите для просмотра брошюры](#)

Рис. 5.

из полиэтилена высокой плотности, укупоренные таким образом, который предотвращает все возможные загрязнения во время транспортировки. Срок хранения большинства стандартов составляет 18–24 месяца, что подтверждено исследованиями краткосрочной и долгосрочной стабильности и сопровождающей документацией. Испытания на содержание примесей проводятся с помощью систем ИСП-МС Agilent, а фактические уровни примесей регистрируются в диапазоне до 68 следовых примесей.

Одноэлементные и многоэлементные стандарты предлагаются в широком диапазоне различных концентраций, подходящих для использования с атомно-абсорбционными системами, ИСП-ОЭС и ИСП-МС. Для лабораторий также предлагается полный ассортимент металлоорганических стандартов, например для измерения проб масла или биодизеля. Также предлагается ряд регулировочных и калибровочных стандартов для приборов Agilent и PerkinElmer.

Существует несколько простых шагов, которые можно предпринять для улучшения качества приготовления стандартов и повышения точности. Во-первых, следует убедиться, что срок годности стандартов не истек, а в работе используются откалиброванные пипетки и мерные колбы класса А. Рекомендуется периодически проверять точность и воспроизводимость этих пипеток и проводить серию малых разведений вместо одного большого, для достижения наилучшей общей точности. Также следует учитывать концентрацию используемых стандартов. Стандарты с низкой концентрацией имеют ограниченный срок службы, поэтому при работе с концентрациями на уровне млрд д. и ниже млрд д. рекомендуется готовить новые стандарты из запасов с более высокой концентрацией для каждого анализа. Как хранятся стандарты? Пластиковые сосуды, в частности фторопластовые или из ФЭП, обеспечивают лучшую стабильность, но только в том случае, если не забывать стабилизировать стандарты во время приготовления путем добавления дополнительного количества кислоты.

Помимо подготовки точных стандартов необходимо задуматься о методах, которые позволят снизить потенциальное загрязнение. Загрязнение может возникать из любого источника, который контактирует с пробой во время хранения, минерализации, разведения или анализа. Каковы ключевые методы? Во-первых, проверить чистоту реактивов — большую помощь в этой задаче может оказать сертификат анализа. В сертификате анализа для государственного стандартного образца Agilent перечислены все потенциальные примеси и фактические концентрации, зарегистрированные для этих примесей. Это позволит сразу же заметить, вызовет ли использование конкретного реактива или стандарта проблемы во время анализа. А что насчет других потенциальных причин загрязнения? В лаборатории используется очищенная вода, и следует помнить, что предпочтительно использовать пластиковые емкости из ФЭП или фторопласта, чтобы уменьшить вероятность загрязнения, в частности от боросиликатного стекла. Многие аналитики применяют в лабораторной работе цветные наконечники пипеток, но они также могут приводить к значительному уровню загрязнения, в частности при работе с цинком, кадмием, железом и медью. Поэтому лучше работать с натуральными наконечниками, которые помогут уменьшить вероятность загрязнения.

Не забывайте о трубках насоса

Другая область потенциальных проблем — это трубки перистальтического насоса. Они играют очень важную роль в достижении наилучшей производительности прибора. В идеале дренажная трубка должна иметь больший ВД, чем трубка подачи пробы, чтоб обеспечить эффективное удаление жидких отходов из системы ввода проб (Рисунок 6). Трубки также должны обладать устойчивостью к используемому растворителю. Трубки из ПВХ подходят для большинства кислотных растворов, но при работе с органическим растворителем необходимо обратить внимание на химическую совместимость, и для обеспечения устойчивости к растворителю, возможно, потребуются насосные трубки из витона или марпрена. Рекомендуется очищать новые трубки для удаления возможного загрязнения и регулярно заменять трубки. Старые трубки насоса могут вызывать ряд проблем с точностью, стабильностью и дрейфом результатов. В качестве общего руководства рекомендуется заменять трубки не реже одного раза в неделю, если прибор работает по пять дней в неделю. Самый важный совет — после окончания анализа выньте трубки из держателей насоса, отожмите прижимную планку и снимите ее с насоса. Таким образом будет устранено чрезмерное механическое воздействие на трубки, что позволит им частично восстановить форму. Перед повторной установкой на приборе покатайте трубки между пальцами для определения плоских участков. Если трубка выглядит изношенной или растянутой (Рисунок 7), немедленно замените ее.

Дренажные трубки с ярлыками «синий/синий», ВД 1,65 мм



Трубки подачи проб с ярлыками «белый/белый», ВД 1,03 мм

Рис. 6.



Рис. 7.

В любом случае, когда у вас есть какие-либо сомнения насчет трубок, лучше их немедленно заменить. Если на насосные трубки не подается правильное давление, может возникнуть неравномерный приток жидкости в систему ввода проб. Следует помнить о том, чтобы не затягивать трубки с избыточным усилием, достаточно добиться размеренного и эффективного перекачивания. Если в потоке жидкости наблюдаются пузырьки, следует проверить наличие неплотно затянутых портов или утечки в системе. Если через распылитель проходит неравномерный поток жидкости, это указывает на засор в системе ввода проб. Далее следует проверить, необходима ли очистка этих компонентов.

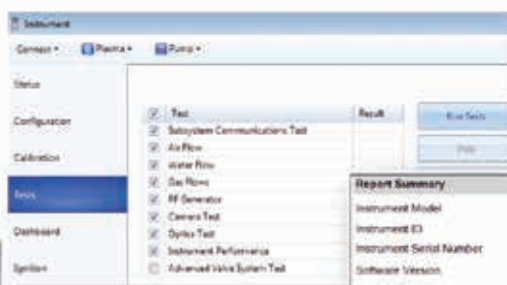
Важно помнить о нескольких простых действиях в конце анализа, которые помогут продлить срок службы трубок насоса и снизить вероятность засорения распылителя или устройства для ввода пробы. Перед выключением плазмы следует убедиться, что происходит забор подходящего промывочного раствора. Это поможет предотвратить отложение пробы в наконечнике распылителя. После этого можно отключать плазму, убедившись, что из трубок насоса и системы ввода проб откачана вся оставшаяся жидкость. Затем следует вынуть трубки из прижимных планок на приборе и снять с креплений мостики, чтобы трубки перестали растягиваться по роликам в насосе и могли восстановиться. После этого опустошите сосуд для отходов и оставьте прибор в режиме ожидания, чтобы обеспечить наиболее быстрый запуск.

Проверка аналитической чувствительности

Теперь рассмотрим процесс калибровки длины волны. Ее нужно проводить с определенной периодичностью, как правило, ежемесячно. Этот процесс позволяет прибору соотнести расположение фактических сигналов испускаемого излучения с фактическими пикселями на микросхеме детектора. Для этого мы рекомендуем использовать готовые растворы для калибровки длины волны Agilent, поскольку они сочетают в себе несколько важных преимуществ: полную уверенность в том, что ни один компонент не будет пропущен, улучшенную воспроизводимость и удобство готового раствора. Если наблюдается калибровочное значение длины волны < 100%, то в первую очередь стоит проверить, достигает ли проба плазмы. Затем надо убедиться, что продувка оптики включена и стабильна. Это одна из самых распространенных ошибок — продувка включается на недостаточно длительный период, поэтому длины волн в УФ диапазоне частично упускаются.

Помимо стандартной калибровки длины волны существует несколько методов, которые можно использовать для проверки состояния прибора. В текущем программном обеспечении, предлагаемом для приборов ИСП-ОЭС Agilent, есть специальный дисплей, где отображается состояние запущенных функций прибора и оперативно выводится оповещение о проблеме (Рисунок 8). Помимо этого, программное обеспечение способно в любое время проводить тестирование рабочих характеристик, что может быть удобно для проверки правильности работы прибора. Вы можете выбрать не всю последовательность тестов, а только те, которые хотите провести. Например, уделяя внимание рабочим характеристикам прибора, можно оперативно заметить наличие возможных проблем в области чувствительности или точности, которые могут указывать на потенциальные неполадки в системе ввода проб. Так что такое тестирование является быстрым и удобным способом проверки состояния прибора перед началом длительного анализа.

Специальный дисплей на приборе показывает состояние ключевых функций прибора и сигнализирует о проблемах или отказах



Report Summary	
Instrument Model	Agilent 5100S I110 SVDV ICP-OES
Instrument ID	08010A/08014A
Instrument Serial Number	AU18286198
Software Version	7.3.0.8395
Firmware Version	3354
Tested by	Ross 2
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
Advanced Valve System Test	Skipped
Resolution Test	Pass
Sensitivity Test	Pass
Precision Test	Pass

Можно также проверить рабочие характеристики и состояние прибора посредством запуска автоматического тестирования

Рис. 8.

Прибор оснащен несколькими датчиками, показания которых могут быть необходимы для проведения диагностики или устранения неисправностей. Датчики могут оперативно сообщить о наличии или отсутствии определенных проблем; например, глядя на обратное давление в распылителе, можно определить начало образования в нем отложений. При начале формирования отложений или засора показания обратного давления в распылителе начнут возрастать. Прибор выведет соответствующий сигнал, а при сильном повышении давления остановит анализ, но даже до возникновения этой ситуации следует периодически проверять на панели управления состояние прибора. Также доступен тест распылителя, который позволит проверить рабочие характеристики распылителя перед началом анализа.

Еще одной сложностью, особенно для новых пользователей, может стать понимание, какую длину волны использовать при разработке методик. Прибор оснащен программными инструментами, которые помогут упростить этот процесс. Одним из самых важных инструментов является программное обеспечение Intelliquant для приборов ИСП-ОЭС Agilent серии 5110. Оно позволяет провести анализ пробы и создать тепловую карту с содержанием относительной концентрации для всех обнаруженных элементов (Рисунок 9). Эта функция значительно упрощает процесс разработки методик. Программа Intelliquant также показывает концентрации тех аналитов, которые можно наблюдать в выводимом для пользователя спектре.

Для проведения количественного анализа с использованием этой функции компания Agilent выпускает ассортимент калибровочных стандартов, используемых в процедурах программы Intelliquant в целях улучшения точности. Эти стандарты предлагаются в наборе, но их можно заказать и по отдельности. Проведение анализа с этими стандартами

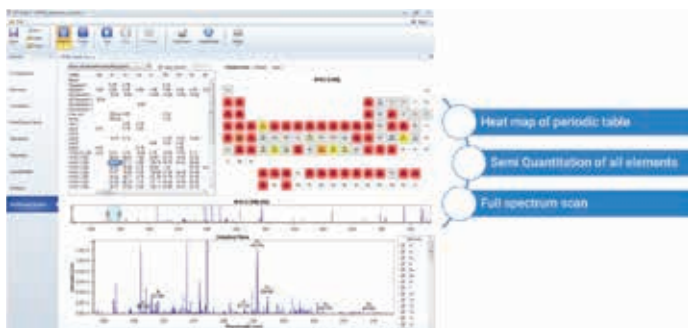


Рис. 9.

позволит улучшить количественный анализ при калибровке по умолчанию и обеспечит повышенную точность при работе с программным обеспечением. Хотя эта программная функция не поддерживается на более ранних приборах ИСП-ОЭС Agilent серии 700, стандарты Intelliquant можно использовать при работе с электронными таблицами для приблизительного количественного анализа в аналогичных целях.

Другой частой проблемой, с которой сталкиваются пользователи, является измерение проб с низкой концентрацией. Как добиться лучшей чувствительности для аналитов с низкой концентрацией?

Один простой способ заключается в увеличении времени снятия показаний при проведении повторных измерений. Увеличение времени с 1 до 5 секунд может дать более точное определение сигнала и, соответственно, установка более длительного времени считывания позволит провести еще более точный анализ пробы. Это означает, что вы сможете добиться значительного улучшения функциональных возможностей прибора в части пределов обнаружения.

Другой подход заключается в смене типа распылительной камеры, установленной на приборе. Переход на однопроходную конструкцию без внутренней перегородки позволит улучшить эффективность транспортировки пробы, что приведет к увеличению времени нахождения пробы в плазме и значительному улучшению качества сигнала и предела обнаружения. На примере мышьяка, селена и свинца показано, как переход на использование однопроходной распылительной камеры увеличил возможности в части предела обнаружения в два раза (Рисунок 10).

Для элементов, образующих гидриды, в частности для мышьяка, селена и ртути, можно перейти на использование [мультифункциональной системы ввода проб \(MSIS\)](#).

Это распылительная камера, которую используют для ИСП-ОЭС с микроволновой плазмой. Она дает возможность одновременного определения стандартных элементов и измерения гидридообразующих элементов, т. е. приготовление одной минерализованной пробы позволит провести измерения по всем элементам (Рисунок 11). Для работы с этим устройством понадобится

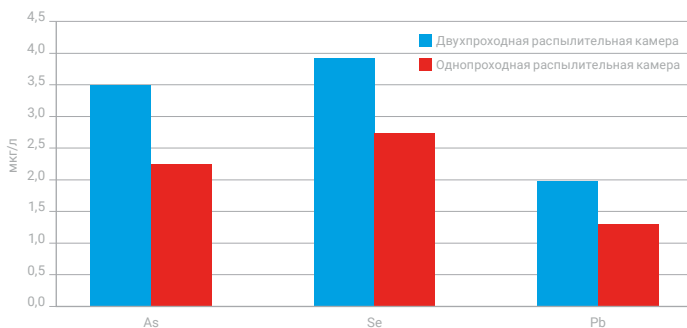


Рис. 10. 30 секунд, пределы обнаружения в осевом направлении

четырёхканальный насос. В качестве альтернативы, если прибор не оснащен четырёхканальным насосом, можно использовать отдельный перистальтический насос. Проба прокачивается через распылитель обычным способом и используется для определения стандартных элементов. Для определения гидридообразующих элементов часть этой пробы прокачивается через нижнюю часть распылительной камеры, а через верхнюю часть прокачивается соответствующий восстановитель. Комбинация пробы и восстановителя способствует образованию гидрида или химическому выделению аналита из матрицы. Гидридный пар затем подается в плазму вместе с распыленной пробой, позволяя проводить одновременный анализ.

Так зачем применять этот способ? В частности, его преимуществом является улучшение диапазона пределов обнаружения для сложных элементов, которые в целом связаны с низкой чувствительностью, например мышьяка, селена, сурьмы, ртути. Система MSIS расширяет диапазон пределов обнаружения, обеспечивая более точный анализ аналитов при концентрациях ниже млрд д. Другие рабочие характеристики в области предела обнаружения будут практически не затронуты, что обеспечит хорошую производительность при работе со всеми стандартными элементами и значительное улучшение при работе со сложными элементами.

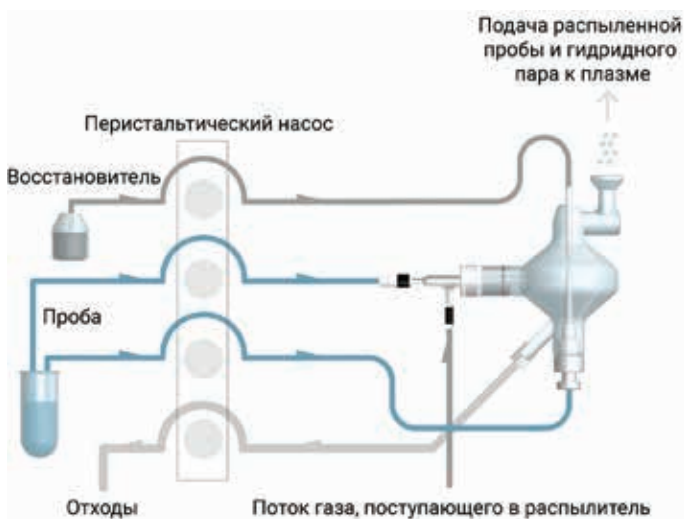


Рис. 11. Как работает MSIS

Стандартное техобслуживание

Ниже приведены рекомендованные графики техобслуживания, позволяющие добиться наилучшей производительности при работе с прибором ИСП-ОЭС.

Ежедневно: проверять систему вытяжной вентиляции и давление аргона, проверять систему ввода проб на возможное наличие засора в устройстве для ввода пробы, горелке или распылителе. Проверять трубки перистальтического насоса на излишнее растяжение или наличие потертостей и проводить визуальную проверку распылительной камеры на отложение капель жидкости на внутренней поверхности, чтобы убедиться в плавном и эффективном сливе жидкости.

Еженедельно: очищать компоненты системы ввода проб, в том числе колпак горелки или конус преоптики на аксиальной системе ИСП, и проверять уровень воды в охладителе, который используется на приборе ИСП-ОЭС.

Ежемесячно: очищать распылительную камеру и в процессе очистки проверять все прочие транспортировочные трубки для подтверждения их хорошего состояния и замены изношенных компонентов. Проверять воздушные фильтры на приборе и охладителе, чтобы убедиться в их чистоте и удалять скопившуюся пыль и грязь, чтобы обеспечить эффективное охлаждение как прибора, так и охлаждающей воды. Водяной фильтр в приборе должен периодически очищаться, также может понадобиться замена фильтров аргона. Во многих случаях эти задачи выполняются выездным обслуживающим инженером компании Agilent в рамках программы профилактического техобслуживания, поэтому, если у вас заключен договор на техническое обслуживание, возможно, что вам не потребуется проводить эти процедуры.

Другие часто возникающие проблемы

Нас часто спрашивают о проблемах с поджигом плазмы. В целом, утечка воздуха в системе ввода проб является самой распространенной причиной проблем с поджигом плазмы. Нужно проверить наличие неплотных креплений, поврежденных компонентов или креплений, неправильно подсоединенных к прибору (особенно актуально для приборов старшего поколения). В современных приборах, например ИСП-ОЭС серии 5100, подобные проблемы исключены, поскольку подключение производится автоматически. По этой же причине в приборах старшего поколения следует проверять расположение горелки, чтобы убедиться в ее правильном позиционировании. Другой частой проблемой является использование кнопки аварийной остановки на приборе, потому что ее необходимо отключать вручную, иначе она будет препятствовать поджигу плазмы.

Еще один часто задаваемый вопрос касается эффектов памяти, наблюдаемых обычно при измерениях высоких концентраций (Рисунок 12). Они могут присутствовать при работе со стандартными элементами, включая бор, ртуть, молибден, стронций и цинк, где первый повторный анализ пробы с низкой концентрацией дает высокие результаты, а последующие значения намного ниже, что приводит к проблемам с точностью. Для решения этой проблемы следует выполнять промывку достаточной длительности

с применением матричного подкисленного промывочного раствора. В большинстве случаев длительность промывки должна составлять не менее 30 секунд. Если этот процесс вызывает сложности, можно воспользоваться другими методами, например можно использовать функцию умной промывки в программном обеспечении, которая поможет оптимизировать и контролировать промывку конкретного анализа. Можно задействовать клапан переключения, который поможет улучшить характеристики промывки, или использовать другой тип распылительной камеры с лучшими характеристиками промывки.

При использовании установленного на приборе ИСП-ОЭС автосамплера следует принимать во внимание связанные с этим возможные проблемы. Например, использование более длинной транспортировочной трубки, соединяющей две системы, может привести к более длительному времени подачи или эффекту памяти. Для минимизации задержки подачи оптимальным решением будет задействовать более мощный насос. Работайте с подходящим зондом. Если вы анализируете пробы с высоким содержанием растворенных твердых частиц или повышенной вязкостью, вам потребуется зонд с отверстием большего диаметра, чтобы избежать его засорения.

Также следует позаботиться о сохранности проб в автосамплере в ожидании анализа. В данном случае возможно как загрязнение пылью или грязью в лаборатории, так и испарение, приводящее к преждевременному концентрированию пробы. Помимо этого во флаконе для проб может образовываться осадок. Следует продумать эти вопросы и предпринять соответствующие меры для их решения.

И наконец, мы убедительно рекомендуем пользователям иметь запасные компоненты системы ввода проб для обеспечения непрерывной работы прибора ИСП-ОЭС. Такие компоненты как запасные трубки, горелки, распылители и распылительные камеры позволят продолжать эксплуатацию прибора в случае засорения или поломки одной из этих частей. При наличии запасной детали вы сможете заменить компонент и продолжать анализ в процессе решения основной проблемы. Компания Agilent предлагает ассортимент комплектов расходных материалов для приборов ИСП-ОЭС, которые помогут обеспечить бесперебойную работу прибора. Эти комплекты предлагаются для приборов ИСП-ОЭС серии 5100 (Рисунок 13), а также для приборов старшего поколения, например серии 700.

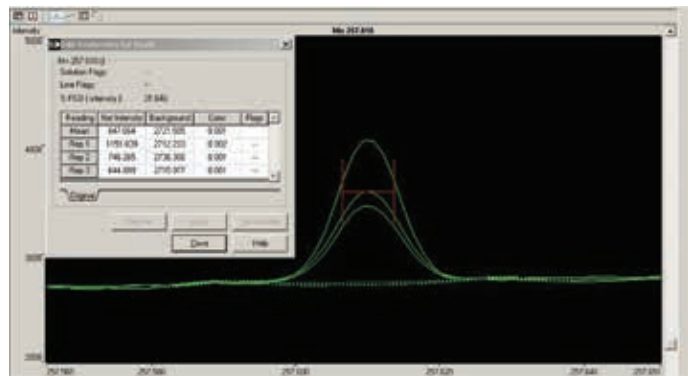


Рис. 12.

Компоненты в комплекте рабочих материалов
1 разборная горелка Easyfit с 2 запасными внешними трубками
4 упаковки трубок к насосу (для пробы + отходы)
1 упаковка внутренних трубок и портов к стандартному насосу
Распылитель SeaSpray (серия U)
1 упаковка портов подачи пробы на распылитель Unifit, ВД 0,75 мм
1 газовый порт для распылителя Ezylok
Распылительная камера Twister с уплотнителем Helix
1 упаковка портов Unifit для слива распылительной камеры
Запасной зажим горелки для гнезда шарнирного соединения распылительной камеры
Запасное окно преоптики (аксиальный комплект включает дополнительное окно для радиального обзора)
Запасное уплотнительное кольцо или шайба для окна преоптики
Капиллярные трубки для порта ввода пробы
Трубки подачи газа в распылитель
Сливные трубки распылительной камеры с 2 штуцерными портами
Сливные трубки поддона для сбора пролитых проб
1 упаковка уплотнителей Helix для порта ввода пробы распылительной камеры

Рис. 13.

Ресурсы

[Информационный сайт по ИСП-ОЭС](#)

[Видеоматериалы по устранению неисправностей](#)

[Форум поддержки приборов ИСП-ОЭС по электронной почте Agilent PlasmaNet](#)

[Краткое справочное руководство по приборам ИСП-ОЭС 5100/5110](#)

[Запасные части и расходные материалы для приборов ИСП-ОЭС \(онлайн магазин\)](#)

[Заметки по применению систем атомной спектроскопии Agilent](#)

[Каталог расходных материалов для спектроскопии компании Agilent](#)

[Высококачественные неорганические и металлоорганические стандарты для атомной спектроскопии компании Agilent](#)

[Каталог расходных материалов Agilent для систем ИСП-ОЭС и ИСП-МС PerkinElmer](#)

[Технический обзор системы Agilent MSIS](#)

[Записанные вебинары по атомной спектроскопии Agilent](#)

Выводы

Приборы ИСП-ОЭС компании Agilent входят в широкий ассортимент систем для атомной спектроскопии. Компания Agilent предлагает приборы для любых типов анализов, начиная от традиционных систем атомной абсорбции, ИСП-ОЭС, ИСП-МС (включая относительно новые трехкврупольные приборы ИСП-МС) до систем с микроволновой плазмой.

В данной презентации мы попытались описать самые распространенные сложности, с которыми сталкиваются аналитические лаборатории. Мы подчеркнули, что большинство потенциальных причин отказов или незапланированного простоя в лаборатории могут быть связаны с системой ввода проб. Таким образом, сделав упор на техническое обслуживание зоны ввода проб, вы сможете снизить вероятность незапланированного простоя. Мы также включили в статью некоторые рекомендации и процедуры техобслуживания, с помощью которых вы сможете организовать соблюдение типового регламента испытаний в лаборатории с целью предотвращения повторного возникновения проблем.

Информация об авторе

Эрик Ванклай (Eric Vanclay) (менеджер по маркетингу расходных материалов для спектроскопии, Agilent Technologies, Мельбурн, Австралия)



В 1985 году Эрик закончил Университет Монаша в Мельбурне, Австралия, со степенью бакалавра наук в химии. В 1988 году Эрик пришел на работу в компанию Varian и занимал там несколько должностей, включая должность менеджера по продукции для атомно-абсорбционной спектроскопии, менеджера по продажам/применению в европейском регионе, продукт-менеджера по ИСП-ОЭС и продукт-менеджера по МП-АЭС. После приобретения компании Varian компанией Agilent Technologies Эрик перешел на должность продукт-менеджера по маркетингу расходных материалов для спектроскопии и занимался организацией продаж на местах, поддержкой покупателей, разработкой продукции и маркетингом расходных материалов для спектроскопии. Он имеет 30-летний опыт работы с методиками атомной спектроскопии и работает в центре инновационных технологий спектроскопии Agilent в Мельбурне, Австралия.

www.agilent.com/chem

Информация может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc. 2019 г.
Напечатано в США, 11 апреля 2019 г.
5994-0858RU

