

Robustes Keramik-Außenrohr-Set

für Fackeln der Agilent ICP-OES der Serie 5000



Weniger Ausfallzeiten und weniger Austauschbedarf

Agilent stellt das Keramik-Außenrohr-Set für die Serie 5000 der ICP-OES-Geräte vor, das sowohl für die teilweise als auch die vollständig zerlegbaren Fackeln erhältlich ist. Es wurde speziell entwickelt, um die Herausforderungen bei der Analyse von Proben mit hoher Gesamtsalzfracht (TDS) zu bewältigen, insbesondere Proben von Lithium-Ionen-Batterien mit hohem Gehalt an Alkalimetallen oder chemisch aggressiven Proben, die Quarz-Außenrohre angreifen und zersetzen.

Das Keramik-Außenrohr-Set eignet sich als direkter Ersatz des herkömmlichen Quarz-Außenrohr-Sets und bietet eine deutlich längere Haltbarkeit und Lebensdauer. Dadurch können Labore bei der Arbeit mit anspruchsvollen Matrices die Betriebszeit maximieren, die Wartungshäufigkeiten reduzieren und die Betriebskosten senken.

Die Rolle des Außenrohr-Sets in der ICP-OES-Fackel

Eine ICP-OES-Fackel besteht in der Regel aus drei konzentrischen Quarz-Rohren. Das Rohr mit dem kleinsten Innendurchmesser (ID) in der Mitte ist der Injektor. Das Rohr-Set ist eine kritische Komponente der Fackel. Es besteht aus einem Außenrohr und einem Zwischenrohr und umgibt den Injektor. Zwischen das Zwischen- und das Außenrohr wird ein relativ hoher Argongasstrom geleitet, um das Plasma einzuschließen und die Fackel zu kühlen. Das Argongas wird mittels Hochfrequenzenergie (HF) ionisiert, die von der HF-Spule erzeugt wird, die das Außenrohr-Set der Fackel umgibt. Auf diese Weise entsteht stabiles Hochtemperatur-Plasma (~10 000 K). Das vom Zerstäuber erzeugte Proben aerosol wird in der Zerstäuberkammer massenfiltriert und über den Injektor zur Atomisierung und Anregung in das Plasma geleitet, was eine Messung mittels optischer Emissionsspektrometrie ermöglicht. Ein kleinerer Argonfluss zwischen dem Injektor und dem Zwischenrohr sorgt dafür, dass das Plasma über dem Injektor gehalten wird, wodurch Ablagerungen an der Injektorspitze verringert werden.

Die wichtigsten Herausforderungen bei Quarz-Außenrohr-Sets

Bei Anwendungen mit Proben mit hoher Salzfracht (TDS) oder Erdalkalimetallen (Li, Na, K, Ca, Cs, usw.) wie Lithium-Ionen-Batterie-Materialien, Schmelzaufschlüssen, Matrices mit hohem Salzgehalt und aggressiven Säureaufschlüssen, können die im Plasma der Fackel entstehenden einatomigen Ionen in die Oberfläche des äußeren Quarzrohrs diffundieren.

Quarzrohr-Sets bestehen aus Quarzglas (Fused-Silica), einem amorphen Glas aus hochreinem Siliciumdioxid (SiO_2). Bei Exposition gegenüber den Alkalimetallionen ordnet der Quarz unter Einwirkung hoher Temperaturen seine Molekülstruktur neu an und bricht die Si-O-Bindungen. Wenn die Fremdionen in den Quarz eindringen und diese „Umordnung“ bewirken, kommt es zu Entglasung. Dabei werden die Si-O-Bindungen ersetzt oder getrennt, sodass eine spröde Struktur entsteht. Bei der Entglasung wird der Quarz weiß oder opak (Abbildung 1) und es kommt zu vielen winzigen Rissen in der oberflächenschicht, sodass sich seine optische Klarheit, mechanische Festigkeit und Lebensdauer drastisch reduzieren. Diese Zersetzung ist weitgehend irreversibel. Eine Reinigung der Fackel kann ihr Erscheinungsbild vorübergehend verbessern, die Entglasung setzt sich jedoch fort. Irgendwann bricht der Quarz oder zerspringt, sodass die Komponente ausgetauscht werden muss.



Abbildung 1. Entglasung eines Quarz-Außenrohr-Sets nach 24-stündiger Analyse einer 1,5%igen Lösung mit hoher Salzfracht von Li, Na und Cs in 5%iger HNO_3 .

Die Entglasung ist ein Zersetzungsmechanismus, der die Nutzungsdauer eines Quarz-Außenrohr-Sets erheblich

begrenzt. Bei der Entwicklung alternativer Materialien spielt die Widerstandsfähigkeit gegen Entglasung, Solarisation und thermisch induzierte Rissbildung unter extremen Betriebsbedingungen daher eine wichtige Rolle.

Die Lösung: Das Agilent Keramik-Außenrohr-Set

Das Agilent Keramik-Außenrohr-Set wurde entwickelt, um den extremen Bedingungen standzuhalten, die bei standardmäßigen Quarz-Außenrohren die Entglasung und Zersetzung beschleunigen. Das robuste Keramik-Außenrohr besteht aus Siliciumnitrid (Si_3N_4), das verhindert, dass Alkalimetallionen in das darunter liegende Grundmaterial eindringen. Es ist sowohl für Dual-View(DV)- als auch für Radial-View(RV)-Konfigurationen erhältlich und eignet sich für den Einsatz mit teilweise und vollständig zerlegbaren Easy Fit Fackeln für die Agilent ICP-OES-Geräte der Serie 5000.

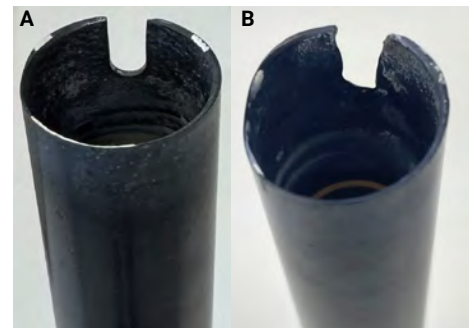


Abbildung 2. Keramik-Außenrohr nach Analyse einer 1,5%igen Lösung mit hoher Salzfracht von Li, Na und Cs in 5%iger HNO_3 nach über 900 Stunden (A) und nach 1792 Stunden (B).

Im Gegensatz zu Quarz bietet Siliciumnitrid aufgrund seiner Materialeigenschaften eine überlegene Beständigkeit gegen die bei der Analyse von Alkalimetallen auftretende Entglasung (Abbildung 2), da die freien Metallionen nicht in der Lage sind, die Si-N-Bindungen zu destabilisieren. Siliciumnitrid weist auch eine höhere Toleranz gegenüber Temperaturschocks auf, wenn es Hochtemperatur-Plasmazyklen ausgesetzt ist. Es wird auch für die Analyse von Proben empfohlen, die Fluss säure (HF)

enthalten, die die Quarzkomponenten ätzen und angreifen kann. Bei der Analyse von HF-haltigen Proben muss zudem ein inerte Aluminiumoxid-Injektor verwendet werden, da Quarz nicht kompatibel ist.

Wenn Komponenten von Lithium-Ionen-Batterien oder Proben mit hoher Salzfracht analysiert werden, hält ein Keramik-Außenrohr-Set in der Regel mehr als 10-mal so lange wie ein Quarz-Außenrohr-Set.

Anwendungen, bei denen das Keramik-Außenrohr-Set Vorteile bietet

Der Hauptvorteil eines Außenrohr-Sets aus Keramik (Siliciumnitrid) ist die längere Produktlebensdauer. So lassen sich ungeplante Ausfallzeiten aufgrund von Wartungsarbeiten vermeiden, weil das Keramik-Set im Gegensatz zu Quarz-Außenrohren nicht so schnell verschleißt und nicht ständig ausgetauscht werden muss. Im Folgenden sind die typischen Anwendungsbereiche aufgeführt, die von einem robusten Probenaufgabesystem mit Keramik-Außenrohr-Set profitieren können, um die langfristige Haltbarkeit zu verbessern und gleichzeitig eine stabile Leistung für hochwertige analytische Daten zu gewährleisten.

Li-Ionen-Akkus

Die beschleunigte Produktion von Lithium-Ionen-Akkus und anderen Batterietechnologien weltweit treibt die Forschung zur Entwicklung sicherer und langlebiger Batterien an. Agilent ICP-OES spielt daher eine entscheidende Rolle in der gesamten Batterie-Wertschöpfungskette.



Abbildung 3. Batterietechnologie

Von der Qualifizierung der Rohstoffe und der Qualitätskontrolle über die Produktentwicklung bis hin zur Sicherheitsforschung ermöglicht ICP-OES die Analyse wichtiger Materialien wie Solen, Anoden und Kathoden (LCO, NMC, NCA, LFP), Elektrolyten (LiPF_6 , LiBF_4 und LiTFSI), Separatoren und Prozesszwischenprodukten sowie „Schwarzmasse“-Recyclingströmen.

Diese chemisch aggressiven Proben mit hohem Matrixanteil sind reich an Erdalkalimetallen (Li, Na, K, Rb, Cs), die leicht ionisieren und Quarz-Komponenten von Fackeln schnell entglasen.

Batteriematerialien mit höherer Reinheit und eine strengere Kontrolle auf elementare Kontamination sind von entscheidender Bedeutung, um Nebenreaktionen und Zersetzung zu verhindern. Daher müssen ICP-Analysen mit reinen, unverdünnten Proben durchgeführt werden, um die niedrigen Nachweisgrenzen zu erreichen, die für die Entwicklung sichererer und langlebigerer Batterien erforderlich sind.

Schmelzaufschlüsse und Aufschlüsse

Ein Schmelzaufschluss ist ein Verfahren zur Probenvorbereitung, bei dem die Probe in einem geschmolzenen Flussmittel aufgelöst wird, um feuerfeste oder geologische Materialien abzubauen, die dem konventionellen Aufschluss mit Säuren widerstehen können (z. B. Silikate, Oxide, Mineralien oder Keramik). Die Probe wird zunächst bei hohen Temperaturen (typischerweise 900–1100 °C) in einem Flussmittel aufgeschmolzen, wodurch die kristalline Struktur der Mineralien aufgebrochen wird. Häufig verwendete Flussmittel sind Lithiummetaborat (LiBO_2), Lithiumtetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) oder Natriumcarbonat (Na_2CO_3). Die resultierende homogene Perle wird vor der Analyse in Säure gelöst. Durch das für die Vorbereitung verwendete Flussmittel werden zusätzliche gelöste Feststoffe in den endgültigen Aufschluss eingebracht. Dadurch erhöht sich die Salzfracht und es besteht ein höheres Risiko für Interferenzen während der Analyse.

Proben mit hoher Salzfracht

Dies sind Proben mit einer Salzfracht von bis zu 30 %, beispielsweise Meerwasser oder Solen, Aufschlüsse mit aggressiven Säuren (wie Flusssäure oder 4-Säuren-Aufschlüsse (mit einer Kombination aus Salzsäure $[\text{HCl}]$, Salpetersäure $[\text{HNO}_3]$, Flusssäure $[\text{HF}]$ und Perchlorsäure $[\text{HClO}_4]$), Abwässer oder Lebensmittel/Getränke mit hohem Salz-/Zuckergehalt.

Umweltproben

Für die Analyse von Umweltproben wird häufig ein Ionisierungspuffer, üblicherweise bis zu 2 % Cäsium (Cs) zu den Standards und Proben gegeben, um Ionisationsstörungen durch leicht ionisierbare Alkalimetalle (Na, K, Ca, Rb) zu unterdrücken, wodurch es zu einer Verschiebung des Ionisationsgleichgewichts im Plasma kommt. Da Cs ein sehr niedriges Ionisierungspotential hat, wird es verwendet, um das Plasma mit Elektronen zu fluten, die zur Stabilisierung der Plasmaumgebung beitragen.

Organische Lösemittel

Bei der Analyse leichtflüchtiger und halbflüchtiger organischer Lösungsmittel können herkömmliche Quarz-Außenrohr-Sets von Solarisation aufgrund der starken ultravioletten Strahlung im tiefen UV-Bereich betroffen sein, die durch die hohe Plasmatemperatur hervorgerufen wird. Verunreinigungen im Quarz, zum Beispiel Metalle, absorbieren die UV-Energie und führen zu einer lokalen Entglasung. Diese Effekte schwächen die Quarzoberfläche, was zu netzartiger Rissbildung führt (Abbildung 4), wenn die Fackel erhitzt und abgekühlt wird. Das hat eine verkürzte Nutzungsdauer zur Folge.

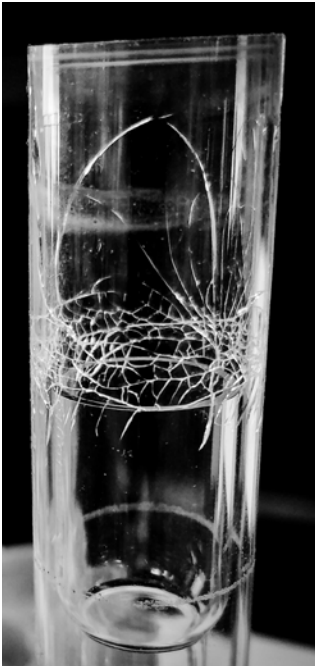


Abbildung 4. Netzartige Rissbildung in einem Quarzgefäß

Speziell für die Analyse organischer Lösungsmittel bietet Agilent nicht nur ein Außenrohr-Set aus hochreinem Quarz an, um Rissbildung zu vermeiden, sondern auch ein Keramik-Außenrohr-Set, das überlegene Beständigkeit gegen Solari-sation und eine längere Lebensdauer aufweist.

Bestimmung von Silizium im Spurenbereich

Bei der Bestimmung von Silizium (Si) im Spurenbereich wird die erreichbare Nachweisgrenze durch die Auswaschung von Si aus dem Probenaufgabesystem eingeschränkt. Die Verwendung eines inerten Probenaufgabesystems kann helfen, aber es kann weiterhin Si aus den Fackel-Komponenten ausgewaschen werden und zu Problemen führen. Durch den Wechsel zum Keramik-Außenrohr-Set (das aus Siliciumnitrid besteht) können Si-Auswaschungen aus der Fackel verringert werden, sodass eine bessere Nachweisgrenze erreicht wird (Abbildung 5).

Diese Varianz kann bei der Analyse anspruchsvollerer Probenmatrixen größer sein.

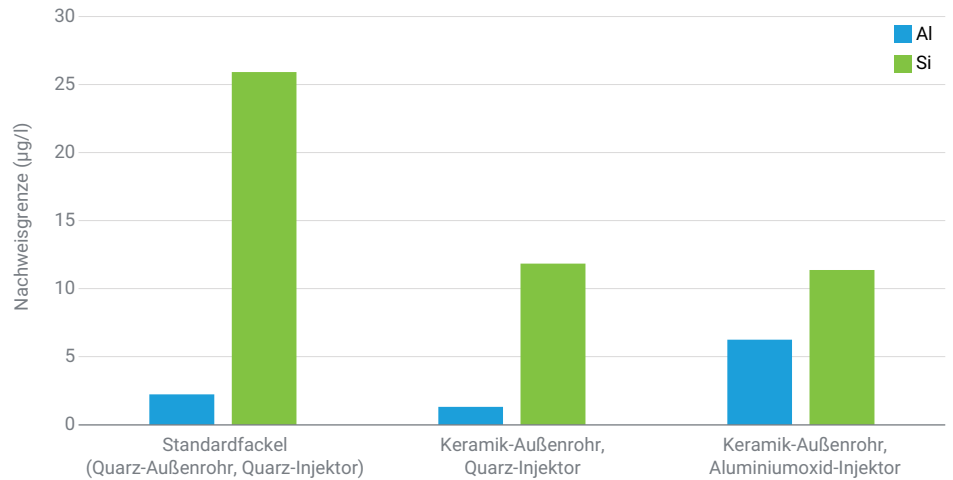


Abbildung 5. Vergleich der Nachweisgrenzen: Quarz versus Keramik



Abbildung 6. Außenrohr aus Keramik (A) und Innenrohr aus Quarz (B) des Agilent Rohr-Sets

Der Injektor besteht aus inertem Aluminiumoxid (Al_2O_3) und weist im Vergleich zu einem Quarzinjektor eine höhere Nachweisgrenze für Aluminium (Al) auf.

Das Design des Agilent Keramik-Außenrohr-Sets

Das Agilent Keramik-Außenrohr-Set wurde speziell in einer demontierbaren Ausführung konstruiert und besteht aus einem Außenrohr aus Keramik (Siliciumnitrid) sowie einem Zwischenrohr aus Quarz (Abbildung 6).

Die zerlegbare Konstruktion ermöglicht es, das Keramik-Außenrohr unabhängig vom Zwischenrohr zu entfernen und

zu reinigen. Dies ist besonders bei der Analyse kohlenstoffreicher Proben mit organischen Matrixen von Vorteil, bei der sich Kohlenstoffablagerungen auf dem Außenrohr ansammeln können. Das Keramik-Außenrohr kann (separat) entfernt und in einen Muffelofen gegeben werden, um jegliche Kohlenstoffablagerungen abzubrennen.

Das Keramik-Außenrohr-Set lässt sich problemlos zerlegen und wieder zusammenbauen. Scannen Sie den QR-Code oder klicken Sie darauf, um sich ein Video anzusehen, das den Prozess veranschaulicht, oder lesen Sie das Benutzerhandbuch der Easy Fit ICP-OES-Fackel (Publikationsnummer [5994-8863DEE](#)).

Auswahl eines Injektors für die Fackel

Agilent bietet eine Auswahl an Injektoren aus Quarz oder inertem Aluminiumoxid zur Verwendung mit der vollständig zerlegbaren Fackel für die Serie 5000 von ICP-OES-Geräten (und es sind auch verschiedene Injektoren für die einteiligen und teilweise zerlegbaren Fackeln erhältlich). Es sind Injektoren mit vier Innendurchmessern erhältlich, 0,8 mm, 1,4 mm, 1,8 mm und 2,4 mm. Der Quarz-Injektor ist die preisgünstigste Option, während der Aluminiumoxid-Injektor bei den meisten Matrices eine längere Lebensdauer bietet und sich einfacher reinigen lässt.

Bei Verwendung eines Quarz-Injektors mit aggressiven Säuren oder Proben mit hohem Matrixanteil kann auch die Injektorspitze aufgrund des Kontakts mit der Matrix von Entglasung betroffen sein. Dann verliert der Quarz seine polierte Oberfläche, sodass Salze aus Proben mit hohem Matrixanteil an die Oberfläche binden können. Bei fortgesetzter Nutzung und wiederholter Reinigung nehmen die Ablagerungen immer mehr zu, wodurch die Komponente immer häufiger gereinigt werden muss. Die häufigere Wartung bedeutet mehr Ausfallzeiten. Im schlimmsten Fall muss der Injektor ausgetauscht werden.

Der inerte Aluminiumoxid-Injektor bietet eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Entglasung und Korrosion bei der Verwendung mit Proben mit hohem Matrixanteil. Der inerte Aluminiumoxid-Injektor wird bei der Analyse von Matrices empfohlen, die reich an Alkalimetallen sind, einschließlich Lithium-Ionen-Batterie-Materialien oder Flusssäureaufschlüssen.

Erfahren Sie mehr über die erhältlichen Injektoren.

Zusammenfassung

Das Agilent Keramik-Außenrohr-Set für die Easy Fit Fackeln der Agilent Serie 5000 von ICP-OES-Geräten wurde entwickelt, um die grundlegenden Materialgrenzen herkömmlicher Quarz-Außenrohr-Sets bei hohen Salzlasten und unter chemisch aggressiven Bedingungen zu bewältigen.

Quarz-Außenrohr-Sets sind anfällig für Entglasung, Solarisation und thermisch induzierte Rissbildung, wenn sie solchen Proben mit hohem Matrixanteil ausgesetzt werden, was zu einem Verlust der mechanischen Integrität und vorzeitigem Versagen führt. Dadurch verkürzt sich die Lebensdauer der Fackel, die Wartungshäufigkeit erhöht sich, und es kommt zu ungeplanten Ausfallzeiten des Geräts.

Das Keramik-Außenrohr-Set bietet eine hervorragende Beständigkeit gegen Entglasung durch aggressive Alkalimetalle, Temperaturschock und Solarisation aufgrund von ultravioletter Strahlung im tiefen UV-Bereich. Bei Anwendungen mit erhöhter Salzfracht (TDS), alkalimetallreichen Matrices (z. B. Proben von Lithium-Ionen-Batterien),

Aufschlüssen mit aggressiven Säuren oder organischen Lösungsmitteln bietet das Keramik-Außenrohr-Set eine bis zu 10-mal längere Lebensdauer sowie einen verbesserten Siliziumhintergrund.

Das Keramik-Außenrohr-Set ist sowohl mit Dual-View- als auch Radial-View-Konfigurationen kompatibel und bietet eine robuste, wartungsarme Lösung, die die Betriebszeit, die analytische Zuverlässigkeit und die Gesamtbetriebskosten für anspruchsvolle ICP-OES-Anwendungen verbessert.

Erfahren Sie mehr über die vollständig zerlegbare Fackel von Agilent auf dem Flyer [5994-1572DEE](#).

Alternativ können Sie die Seiten für die folgenden Produkte besuchen:

- [Fackeln für die Serien 5100/5110 und 5800/5900 von ICP-OES-Geräten](#) oder
- [Außenrohr für ICP-OES-Fackeln](#)

Wenn Sie zusätzliche Ratschläge sowie Tipps und Tricks benötigen, um die bestmögliche Leistung zu erzielen, besuchen Sie den [ICP-OES-Ressourcen-Hub](#).

www.agilent.com

DE-013382

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2026
Gedruckt in den USA, 19. März 2026
5994-8992DEE