

Robusto set di tubi esterni in ceramica per torce ICP-OES serie 5000 Agilent



Riduzione al minimo dei tempi di inattività e delle sostituzioni

Agilent presenta il set di tubi esterni in ceramica per le torce semi-smontabili e completamente smontabili per ICP-OES serie 5000, sviluppato per affrontare le sfide in cui ci si imbatte durante l'analisi di campioni con elevati livelli di solidi o sali disciolti totali (TDS), in particolare campioni di batterie agli ioni di litio ricchi di metalli alcalini o campioni chimicamente aggressivi che attaccano e degradano il tubo esterno al quarzo.

Progettato come sostituto diretto del set di tubi esterni al quarzo convenzionale, il set di tubi esterni in ceramica offre una durata e una resistenza notevolmente migliorate, aiutando i laboratori a massimizzare i tempi di operatività, a ridurre la frequenza di manutenzione e ad abbattere i costi operativi quando si lavora con matrici esigenti.

Ruolo del set di tubi nella torcia ICP-OES

La torcia ICP-OES è costituita tipicamente da tre tubi concentrici al quarzo. Il tubo di diametro interno (id) più piccolo al centro è l'iniettore. Il set di tubi, che è un componente fondamentale della torcia, è costituito da un tubo esterno e da un tubo intermedio che circonda l'iniettore. Un flusso relativamente elevato di gas argon viene introdotto tra i tubi intermedi ed esterni per isolare il plasma e raffreddare la torcia. Il gas argon viene ionizzato dall'energia a radiofrequenza (RF), generata dalla bobina RF che circonda il set di tubi esterni della torcia, consentendo la formazione di un plasma stabile ad alta temperatura (~10.000 °K). L'aerosol del campione, generato dal nebulizzatore, viene filtrato in massa dalla camera di nebulizzazione e immesso nel plasma attraverso l'iniettore per atomizzazione ed eccitazione, consentendo la misurazione a emissione ottica. Un flusso di argon più piccolo tra l'iniettore e il tubo intermedio supporta e posiziona il plasma sopra l'iniettore, riducendo la deposizione sulla punta dell'iniettore.

Sfide principali con i set di tubi esterni al quarzo

Nelle applicazioni in cui i campioni sono ricchi di solidi disciolti totali (TDS) o metalli alcalino-terrosi (Li, Na, K, Ca, Cs, ecc.) quali materiali per batterie agli ioni di litio, fusioni, matrici ad alto contenuto di sale e digeriti di acidi aggressivi, gli ioni elementari creati nel plasma della torcia possono diffondersi sulla superficie del tubo esterno al quarzo.

I set di tubi al quarzo sono composti da quarzo fuso (o silice fusa) che è un vetro amorfo a base di biossido di silicio ad alta purezza (SiO_2). Con l'esposizione agli ioni di metalli alcalini ad alta temperatura, il quarzo riorganizza la sua

struttura molecolare, rompendo i legami Si-O. La devetrificazione si verifica quando gli ioni estranei penetrano nel quarzo e "sbloccano" la sua struttura, sostituendo o distruggendo i legami Si-O, con conseguente formazione di una struttura fragile. Quando si verifica la devetrificazione, il quarzo diventa bianco o di colore opaco (Figura 1), con tante minuscole crepe nello strato superficiale, che riducono drasticamente la trasparenza ottica, la resistenza meccanica e la durata utile. Questa degradazione è in gran parte irreversibile. La pulizia della torcia può migliorare temporaneamente l'aspetto, ma la devetrificazione continuerà a verificarsi. Alla fine, il quarzo si creperà o si frantumerà e la sostituzione della parte sarà necessaria.



Figura 1. Devetrificazione di un set di tubi esterni al quarzo dopo 24 ore di analisi di una soluzione TDS all'1,5% di Li, Na, Cs in HNO_3 al 5%.

La devetrificazione è il meccanismo di degradazione che limita in modo significativo la durata utile di un set di tubi esterni al quarzo. Questo è un elemento chiave che spinge allo sviluppo di materiali alternativi per resistere alla devetrificazione, alla solarizzazione e alla rottura indotta termicamente in condizioni operative difficili.

La soluzione di set di tubi esterni in ceramica Agilent

Il set di tubi esterni in ceramica Agilent è stato progettato per resistere alle condizioni difficili che accelerano la devetrificazione e la degradazione del tubo esterno al quarzo standard. Il robusto tubo esterno in ceramica è prodotto in nitrato di silicio (Si_3N_4), che impedisce agli ioni alcalini di penetrare nel materiale sottostante. È disponibile nelle configurazioni Dual View (DV) e Radial View (RV) ed è adatto all'uso con le torce semi-smontabili e completamente smontabili Easy-fit per ICP-OES serie 5000 Agilent.

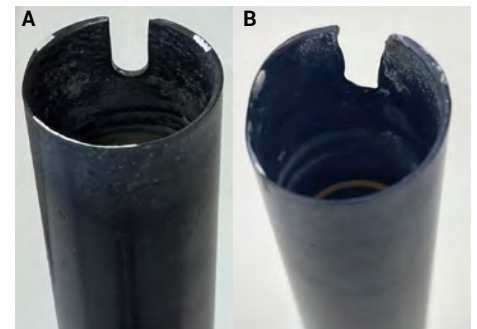


Figura 2. Tubo esterno in ceramica dopo oltre 900 ore (A) di analisi di una soluzione TDS all'1,5% di Li, Na, Cs in HNO_3 al 5% e 1.792 ore (B).

A differenza del quarzo, le proprietà del materiale del nitrato di silicio forniscono una resistenza superiore alla devetrificazione indotta dall'analisi di metalli alcalini (Figura 2) poiché gli ioni di metallo libero non sono in grado di destabilizzare i legami Si-N. Il nitrato di silicio offre anche una maggiore tolleranza agli shock termici se esposto a cicli di plasma ad alta temperatura. È consigliato anche per l'analisi di campioni contenenti acido fluoridrico (HF), che può incidere e attaccare i componenti al quarzo. È necessario utilizzare un iniettore in allumina inerte anche per l'analisi di campioni contenenti HF, poiché il quarzo non è compatibile.

In genere, un set di tubi esterni in ceramica durerà > 10 volte rispetto a un set di tubi esterni al quarzo per campioni di batterie agli ioni di litio o applicazioni ad alto tenore di TDS.

Applicazioni che possono trarre vantaggio dall'impiego del set di tubi esterni in ceramica

Il vantaggio principale di un set di tubi esterni in ceramica (nitruro di silicio) sta nella maggiore durata del prodotto, con conseguente riduzione dei tempi di inattività imprevisti causati dalla manutenzione, riducendo la costante necessità di scartare e sostituire i set di tubi esterni al quarzo usurati. Queste sono le aree di applicazione tipiche che possono trarre vantaggio dall'adozione di un solido sistema di introduzione del campione che incorpora il set di tubi esterni in ceramica per migliorare la durata a lungo termine, garantendo al contempo prestazioni stabili che generano dati analitici di alta qualità.

Batteria agli ioni di Li

Con l'accelerazione della produzione di batterie agli ioni di litio e di altre tecnologie per batterie in tutto il mondo, la ricerca continua a orientare lo sviluppo di tecnologie per batterie più sicure e durature; Agilent ICP-OES svolge un ruolo fondamentale in tutta la catena del valore delle batterie.



Figura 3. Tecnologia della batteria.

Dalla qualifica delle materie prime e dal controllo di qualità allo sviluppo del prodotto e alla ricerca sulla sicurezza, ICP-OES viene utilizzato per analizzare materiali chiave tra cui salamoie, anodi e catodi (LCO, NMC, NCA, LFP), elettroliti (LiPF_6 , LiBF_4 e LiTFSI), separatori, intermedi di processo e flussi di riciclaggio "massa nera".

Questi campioni chimicamente aggressivi e ad alta matrice sono ricchi di metalli alcalino-terrosi (Li, Na, K, Rb, Cs) che ionizzano facilmente e devetrificano in modo rapido i componenti della torcia al quarzo.

La ricerca di una maggiore purezza e un controllo più rigoroso della contaminazione elementare nei materiali delle batterie sono essenziali per prevenire reazioni collaterali e degradazione, richiedendo l'esecuzione di un'analisi ICP su campioni puri e non diluiti per raggiungere bassi limiti di rilevabilità necessari per batterie più sicure e durature.

Fusioni e digeriti

Una digestione per fusione è una tecnica di preparazione del campione che prevede la dissoluzione del campione in un flusso fuso per decomporre materiali refrattari o geologici che possano resistere alla digestione acida convenzionale (ad esempio silicati, ossidi, minerali o ceramiche). Il campione viene prima fuso con un flusso ad alte temperature (tipicamente da 900 a 1.100 °C), che fonde e decompone la struttura cristallina dei minerali. I flussi più comuni utilizzati sono il metaborato di litio (LiBO_2), il tetraborato di litio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) o il carbonato di sodio (Na_2CO_3). La sfera omogenea risultante viene disciolta in acido prima dell'analisi. Il flusso utilizzato per la preparazione introduce sali extra nella digestione finale, aumentando il contenuto di solidi disciolti e il potenziale di interferenze durante l'analisi.

Campioni a tenore elevato di TDS

Campioni che contengono fino al 30% di TDS, come acqua di mare o salamoia, digeriti di acidi aggressivi (incluso acido fluoridrico o acido 4 [che combina digeriti cloridrici (HCl), nitrici (HNO_3), fluoridrici (HF) e perclorici (HClO_4)]), acque reflue o alimenti/bevande ad alto contenuto di sale/zucchero.

Settore ambientale

Per l'analisi di campioni ambientali, un tampone di ionizzazione, comunemente fino al 2% di cesio (Cs), viene spesso introdotto con gli standard e i campioni per sopprimere l'interferenza di ionizzazione da metalli alcalini (Na, K, Ca, Rb) che possono essere facilmente ionizzati, spostando l'equilibrio di ionizzazione nel plasma. Il Cs ha un potenziale di ionizzazione molto basso e viene utilizzato per inondare il plasma di elettroni contribuendo a stabilizzare l'ambiente del plasma.

Solventi organici

Quando si analizzano solventi organici volatili e semivolatili, i set di tubi esterni al quarzo convenzionali possono subire la solarizzazione causata dalle intense radiazioni ultraviolette profonde (UV) generate dall'elevata temperatura del plasma. Le impurezze presenti nel quarzo, come i metalli, assorbono l'energia UV, inducendo una devetrificazione localizzata. Questi effetti indeboliscono la superficie del quarzo, provocando la rottura della ragnatela (Figura 4) quando la torcia viene riscaldata e raffreddata. Ciò riduce la durata utile.



Figura 4. Rottura della ragnatela in un vessel al quarzo.

Mentre Agilent offre un set di tubi al quarzo ad alta purezza specifico per l'analisi di solventi organici per contrastare la rottura della ragnatela, il set di tubi esterni in ceramica offre una resistenza superiore alla solarizzazione e una maggiore durata utile.

Determinazione del silicio a livello di traccia

Quando si determina il silicio (Si) a livello di traccia, il limite di rilevabilità raggiunto è limitato dalla percolazione del Si dal sistema di introduzione del campione. L'uso di un sistema di introduzione del campione inerte può essere utile, ma possono ancora esserci problemi con la percolazione del Si dai componenti della torcia. Il passaggio al set di tubi esterni in ceramica (realizzato in nitrato di silicio) può ridurre la percolazione di Si dalla torcia, migliorando le prestazioni del limite di rilevabilità (Figura 5).

Questa varianza può essere maggiore quando si analizzano matrici di campioni più complesse.

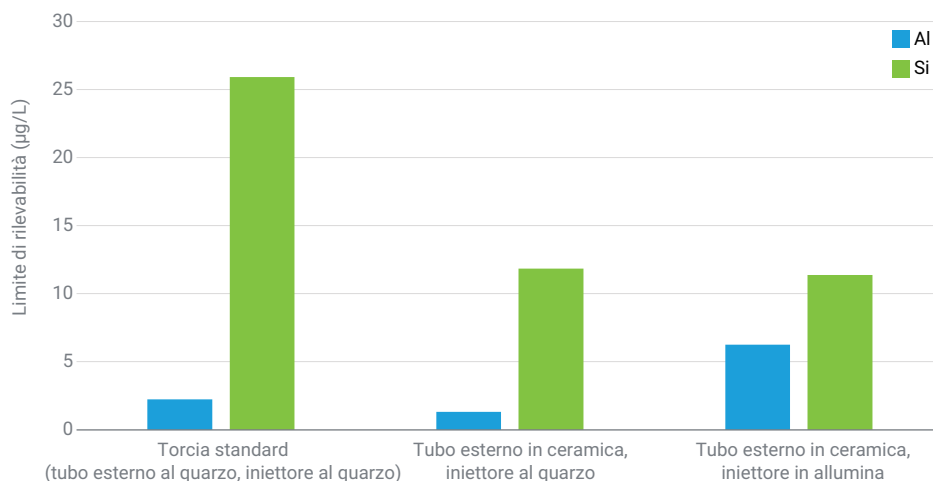


Figura 5. Confronto dei limiti di rilevabilità: quarzo e ceramica.



Figura 6. Tubo esterno in ceramica (A) e tubo interno al quarzo (B) del set di tubi Agilent.

L'iniettore in allumina, inerte, è costituito da ossido di allumina (Al_2O_3) e fornirà un limite di rilevabilità più elevato per l'alluminio (Al), rispetto a un iniettore al quarzo.

Design del set di tubi esterni in ceramica Agilent

Il set di tubi esterni in ceramica Agilent è stato progettato per avere un design smontabile, costituito da un tubo esterno in ceramica (nitrato di silicio) e un tubo intermedio al quarzo (Figura 6).

Il design smontabile consente di rimuovere e pulire il tubo esterno in ceramica indipendentemente dal tubo intermedio. Ciò è particolarmente utile quando si analizzano matrici organiche in cui può verificarsi un accumulo di depositi di carbonio sul tubo esterno a causa dell'eccesso di carbonio nel campione. Il tubo esterno in ceramica (solo) può essere rimosso e collocato in un fornetto a muffola per bruciare eventuali accumuli di carbonio.

Lo smontaggio e il riassetto del set di tubi in ceramica sono facilmente realizzabili. Scansionare o fare clic sul codice QR per guardare un video che illustra il processo oppure consultare la guida per l'utente della torcia Easy-fit ICP-OES (numero di pubblicazione [5994-8863ITE](#)).

Iniettori per la torcia: fattori da considerare

Agilent offre una scelta di iniettori al quarzo o in allumina inerti da utilizzare con la torcia completamente smontabile per ICP-OES serie 5000 (le torce monoblocco e semi-smontabili sono disponibili anche con differenti iniettori). Gli iniettori sono disponibili in quattro diametri interni: 0,8, 1,4, 1,8 e 2,4 mm. L'iniettore al quarzo è il più economico, mentre l'iniettore in allumina offre una maggiore durata utile e una pulizia più semplice con la maggior parte delle matrici.

Quando si utilizza un iniettore al quarzo con acido aggressivo o campioni ad alta matrice, anche la punta dell'iniettore può subire una devetrificazione dovuta all'esposizione alla matrice. Il quarzo perde la sua finitura lucida, permettendo ai sali dei campioni a matrice elevata di legarsi alla superficie. In seguito

all'uso prolungato e alla pulizia ripetuta, l'accumulo avviene sempre più velocemente, accorciando in tal modo i tempi di utilizzo prima che sia necessario effettuare la pulizia. La maggiore frequenza di interventi di manutenzione equivale a un aumento del fermo macchina. Nei casi più gravi, si rende necessario sostituire l'iniettore.

L'iniettore in allumina inerte offre un'eccellente resistenza alla devetrificazione e alla corrosione quando viene utilizzato con campioni a matrice elevata.

L'iniettore in allumina inerte è consigliato quando si analizzano matrici ricche di metalli alcalini, compresi i materiali delle batterie al litio o i digeriti in HF.

Maggiori informazioni relative alla gamma di iniettori.

Riassunto

Il set di tubi esterni in ceramica Agilent per torce Easy-fit ICP-OES serie 5000 Agilent è stato sviluppato per risolvere i limiti fondamentali dei materiali dei set di tubi esterni al quarzo convenzionali quando operano in condizioni chimiche aggressive e a matrice elevata.

I set di tubi esterni al quarzo sono soggetti a devetrificazione, solarizzazione e rottura indotta termicamente se esposti a questi campioni ad alta matrice, con conseguente perdita di integrità meccanica e guasti prematuri. Il risultato è una riduzione della durata utile della torcia, una maggiore frequenza di manutenzione e tempi di inattività imprevisti degli strumenti.

Il set di tubi esterni in ceramica offre una resistenza superiore alla devetrificazione causata dall'attacco di metalli alcalini e dallo shock termico e alla solarizzazione indotta dai raggi UV profondi. Nelle applicazioni che coinvolgono solidi disciolti totali (TDS) elevati, matrici ricche di metalli alcalini (come i campioni di batterie agli ioni di litio), digeriti di acidi aggressivi o solventi organici, il set di tubi esterni in ceramica offre una durata utile fino a > 10 volte più lunga, oltre a un migliore background di silicio.

Compatibile con le configurazioni Dual View e Radial View, il set di tubi esterni in ceramica offre una soluzione solida e a bassa manutenzione che migliora i tempi di operatività, l'affidabilità analitica e il costo totale di esercizio per applicazioni ICP-OES esigenti.

Maggiori informazioni relative alla torcia interamente smontabile sono disponibili nell'opuscolo Agilent [5994-1572ITE](#).

In alternativa, visitare le pagine dei prodotti:

- [Torce per ICP-OES 5100/5110 e 5800/5900](#) o
- [Tubo esterno per torce ICP-OES](#)

Per ulteriori indicazioni insieme a consigli e soluzioni per ottenere le massime prestazioni, consultare il [Centro risorse per ICP-OES](#).

www.agilent.com

DE-013382

Le informazioni fornite possono essere soggette a modifica senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2026
Stampato negli Stati Uniti, 19 marzo 2026
[5994-8992ITE](#)