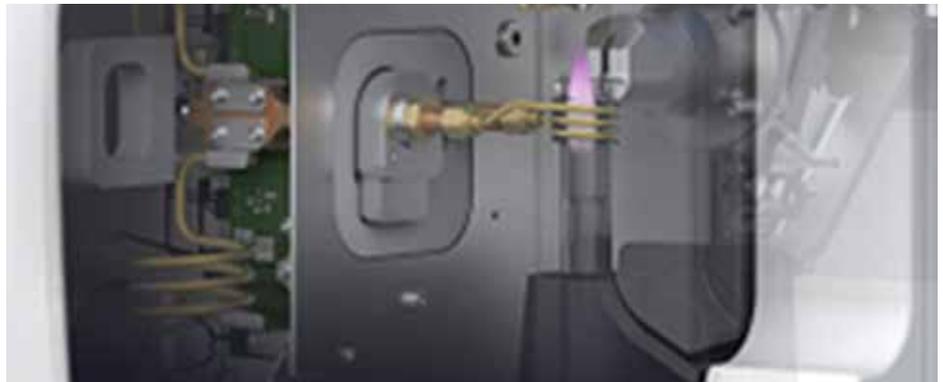


Maximierung der Leistung und Betriebszeit Ihres ICP-OES-Geräts

Tipps, Tricks und Empfehlungen zur Optimierung der Leistung von ICP-OES-Geräten und für robuste und zuverlässige Methoden und Applikationen.



Autor

Eric Vanclay,
Produktmarketingleiter
für Spektroskopie-
Verbrauchsmaterialien, Agilent
Technologies, Australien

Einführung

Agilent Technologies hat eine unabhängige globale Umfrage bei Laborleitern in Auftrag gegeben. Das Primärziel waren die Ermittlung der „Schmerzpunkte“ im Labor und mit Bezug auf Geräte und die Entwicklung von Problemstrategien.

Das Sekundärziel war die Ermittlung von wichtigen Unterschieden beim Gerätebetrieb, mit denen diese Laborleiter konfrontiert sind. Die Umfrage wurde von Frost & Sullivan durchgeführt, und es nahmen 700 Menschen in vier Ländern teil: Deutschland, Großbritannien, USA und China. Die Umfrageteilnehmer waren mit Blick auf Erfahrung, Unternehmensgröße, Rolle und Haupttätigkeit sehr unterschiedlich. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Umfrage sind erhältlich unter:

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

Die Umfrage ergab, dass die meisten Anwender daran interessiert sind, die Wartung und Ausfallzeiten zu reduzieren sowie den gesamten Arbeitsablauf im Labor zu verbessern. Daher geht es in diesem Artikel um einige Tipps, die bei der Optimierung der ICP-OES-Leistung und der Bewältigung häufiger Herausforderungen im Labor helfen.

Vermeiden von Verstopfungen am Zerstäuber

Wie können Verstopfungen am Zerstäuber reduziert bzw. vermieden werden? Bei der Probenzerstäubung sind die Flüsse bekanntlich in der Regel relativ niedrig. Die dünne Kapillare, die die Probe in die Zerstäuberkammer führt, ist gegenüber ungelösten Feststoffen und großen Partikeln nur begrenzt tolerant. Bei der Analyse von schwierigen Proben besteht also eine hohe Gefahr, dass sowohl der Ring als auch die Zerstäuber-Kapillare verstopfen, was die Empfindlichkeit beeinträchtigt. Was kann dagegen getan werden? Erstens ist vor dem Löschen des Plasmas die Spülung des Probenzuführungssystems mit einer geeigneten Reagenzblindprobe ohne Analyten entscheidend wichtig. Auf diese Weise wird verhindert, dass sich etwas im Zerstäuber ablagern kann. Zweitens sollten Sie über die Probenvorbereitung nachdenken. Eine Filtration oder Zentrifugation von Proben zur Entfernung von Partikeln kann eine Verstopfung am Zerstäuber vermeiden helfen. Bei schwierigen Proben verhindert eine Abdeckung für den automatischen Probengeber, dass bei der Lagerung und beim Warten auf die Analyse Staub oder Schmutz in die Proben gelangen kann. Darüber hinaus kann die Höhe der Sonde des automatischen Probengebers so eingestellt werden, dass die Probe oberhalb von Niederschlägen bzw. oberhalb jeglicher ungelöster Salze entnommen wird, was das Risiko einer Verstopfung am Zerstäuber weiter senkt. Das wichtigste Wort in diesem Zusammenhang ist „Prävention“.

Ein weiteres Vorgehen zur Vermeidung von Verstopfungen am Zerstäuber, insbesondere bei schwierigen Proben, ist die Anwendung eines Argon-Befeuchters (Abb. 1, rechts). Die dünnen Schläuche in der Flasche sind tatsächlich eine permeable Membran. Die Flasche wird mit deionisiertem Wasser gefüllt, und die permeable Membran erlaubt die Befeuchtung des Zerstäubergases mit Wasser. Ist das Zerstäubergas, das durch den Zerstäuber strömt, befeuchtet, ist die Entstehung einer

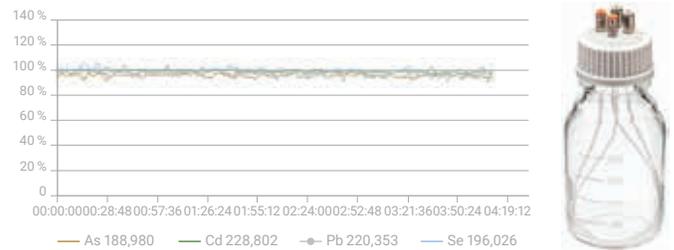


Abbildung 1.

Blockade durch Salzansammlungen weniger wahrscheinlich, was sich positiv auf die Drift auswirkt. In Abb. 1 (links) ist ein Beispiel für eine schwierige Probe dargestellt: 25 % Natriumchlorid über vier Stunden bei kontinuierlicher Aspiration. Dabei wurden ein für hohe Salzfrachten geeignetes Probenzuführungssystem und ein Argon-Befeuchter verwendet. Über die gesamte Dauer des Tests wurde eine Langzeitstabilität mit einer Präzision von < 2,5 % erzielt.

Ein dritter Ansatz zur Vermeidung bzw. Reduzierung von Verstopfungen am Zerstäuber ist die Filtration von Proben vor der Analyse. Natürlich sollten die meisten Anwender ihre Proben filtrieren. Viele verzichten jedoch darauf, weil die Filtration die Produktivität einschränkt. Trotzdem wird dieser Ansatz dringend empfohlen. In Abbildung 2 ist dargestellt, dass mit Agilent Captiva Spritzenfiltern nur vier Schritte benötigt werden, um alle Vorteile der Filtration nutzen zu können.

Neben der Probenfiltration gibt es weitere Aspekte der Probenvorbereitung, die die Genauigkeit der Ergebnisse verbessern, aber auch die Wahrscheinlichkeit von Verstopfungen am Zerstäuber senken können. Es muss erwogen werden, ob das am besten geeignete Aufschlussverfahren verwendet wird. Werden die Analyten quantitativ extrahiert und gelöst? In vielen Fällen führt der verwendete Aufschluss nur zu einer teilweisen Extraktion. Außerdem besteht die Gefahr, dass einige flüchtige



Ziehen Sie zuallererst 1 ml Luft in die Spritze, bevor Sie die Probe aufziehen. Auf diese Weise minimieren Sie das Zurückhalten von Flüssigkeit.

Ziehen Sie Ihre Probe in die Spritze. Ziehen Sie anschließend 1 ml Luft in die Spritze. Drehen Sie die Spritze über Kopf und wischen Sie jegliche Rückstände von der Spitze ab.

Verbinden Sie den Spritzenfilter mit dem Luer-Anschluss an der Spritze. Drehen Sie den Filter vorsichtig, um die Verbindung vollständig abzudichten.

Filtrieren Sie den Inhalt der Spritze in ein Fläschchen. Anschließend nehmen Sie den Spritzenfilter ab, ziehen Luft in die Spritze, setzen den Spritzenfilter wieder auf und drücken den Kolben herunter, um jegliche restliche Probe zu filtrieren. Auf diese Weise maximieren Sie die Probenwiederfindung.

Abbildung 2.

Analyten beim Aufschluss verloren gehen. Daher sollte auch zertifiziertes Referenzmaterial (am besten Feststoffe) der Probenvorbereitung und Analyse unterzogen werden. Auf diese Weise kann geprüft werden, ob bei den Aufschlussschritten ein Verlust von Analyten auftritt. Darüber hinaus muss geprüft werden, ob der Aufschluss stabil bleibt oder später Niederschläge bzw. Suspensionen entstehen oder ob Kontamination vorkommt. Um dies prüfen zu können, sollte mit einer Reagenzblindprobe gearbeitet werden. Idealerweise analysieren Sie daher in jeder Probencharge einen solchen Leerwert; d. h. Sie führen auch immer eine Reinwasserprobe durch den Probenvorbereitungsprozess. Bei einer Reinwasserprobe werden Werte sehr nahe Null erwartet. Ergibt irgendein Analyt in dieser Probe einen höheren Wert, muss eine mögliche Kontamination in Betracht gezogen werden. In diesem Zusammenhang müssen mögliche Quellen für eine solche Kontamination untersucht werden.

Bisher haben wir Strategien besprochen, mit denen Verstopfungen am Zerstäuber vermieden werden können. Blockaden kommen aber trotzdem vor. Daher ist die nächste Frage: Wie können Blockaden beseitigt werden? An dieser Stelle soll daran erinnert werden, dass Zerstäuber sehr zerbrechlich sind. Daher kommt die Reinigung in einem Ultraschall-Reinigungsbad oder mit einem Reinigungsdraht auf keinen Fall in Frage (gilt für herkömmliche konzentrische Glaszerstäuber und OneNeb Zerstäuber). Zur Entfernung einer Verstopfung am Zerstäuber sollten Sie mit dem Reinigungswerkzeug für Zerstäuber eine Rückspülung im Zerstäuber durchführen. Dieses Vorgehen ist sehr effizient und ermöglicht, etwas Reinigungslösung (oft Methanol) durch die Spitze des Zerstäubers zu drücken. Ist kein Reinigungswerkzeug vorhanden, kann der gleiche Effekt erzielt werden, indem auf der Rückseite des Zerstäubers Saugkraft ausgeübt wird. Dazu können Schläuche der peristaltischen Pumpe oder eine Vakuumverbindung an der Zerstäuberrückseite verwendet werden. Ist die Verstopfung am Zerstäuber sehr hartnäckig, wird empfohlen, den Zerstäuber über Nacht in konzentrierte Salpetersäure einzulegen.

Reinigen des Probenzuführungssystems

Wie werden andere wichtige Komponenten des ICP-OES-Probenzuführungssystems gereinigt und gewartet? Die zuerst zu beachtende Komponente ist die Zerstäuberkammer. In ICP-OES-Systemen werden heutzutage wohl am häufigsten Twister-Zerstäuberkamern aus Glas verwendet, die in den meisten Fällen effizient arbeiten. Allerdings können sich im Zeitverlauf Tröpfchen auf den Wänden der Zerstäuberkammer ansammeln (Abbildung 3). In einem solchen Fall muss die betreffende Zerstäuberkammer sofort gereinigt werden, da die Tröpfchen die Präzision beeinträchtigen. Zur Reinigung wird die Zerstäuberkammer am besten über Nacht (oder vorzugsweise 24 Stunden lang) in 25%ige Detergenzlösung (Triton X-100, Decon, Fluka RBS 25 sind alle effektiv) eingelegt. Nach der Reinigung muss die Zerstäuberkammer gespült und wieder im Gerät installiert werden und ist bereit für die nächste Analyse.

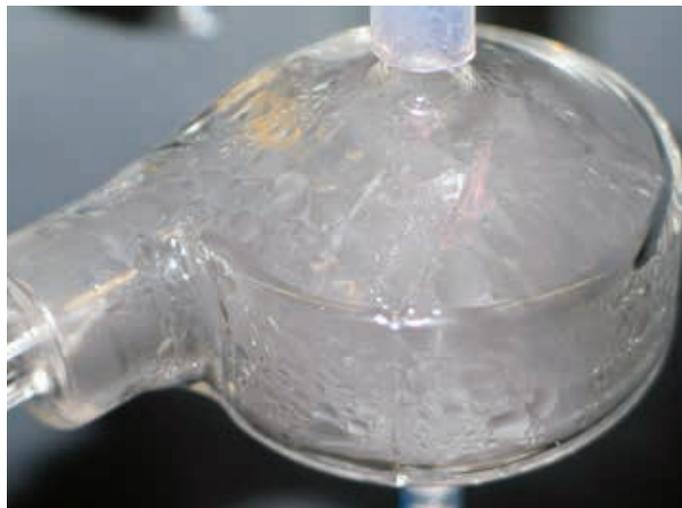


Abbildung 3.

Die zweite zu betrachtende Komponente ist die Fackel für das ICP-OES-Gerät. Um die Fackel für das Agilent 5100 ICP-OES-Gerät zu reinigen, wird das Außenrohr eine Stunde lang in Königswasser (Mischung aus Salz- und Salpetersäure) eingelegt: Agilent bietet einen sehr praktischen Reinigungsstand für diesen Zweck an. Nach der Reinigung müssen die Innen- und die Außenseite der Fackel mit deionisiertem Wasser gespült werden. Anschließend wird Druckgas (Luft, Stickstoff oder Argon) durch die drei Gasversorgungsanschlüsse gepumpt, um jegliche Flüssigkeitsrückstände zu entfernen.

Auch bei älteren Systemen wie dem Agilent 700 ICP-OES-Gerät ist das Verfahren fast identisch. Hier muss die Fackel jedoch über Nacht eingelegt werden, um Ablagerungen zu entfernen. Danach muss die Fackel gründlich gespült werden, um Flüssigkeitsrückstände zu entfernen. Anschließend ist wichtig, die Fackel vor der erneuten Installation im Gerät vorsichtig zu trocknen.

Bei den 700 ICP-OES-Geräten muss die Fackel manuell positioniert werden. Nach dem Einsetzen der Fackel in die Fackelhalterung muss die Installation daher geprüft werden: Der Abstand zwischen der HF-Spule und dem Zwischenrohr muss 2 bis 3 mm betragen. So wird sichergestellt, dass das Plasma sich an der richtigen Stelle bildet und die Probe effizient angeregt wird. Auch mit der Routine zur Fackelausrichtung kann geprüft werden, ob sich die Fackel in der richtigen Position befindet. Diese Routine erlaubt die Festlegung der vertikalen und horizontalen Fackelposition. So wird sichergestellt, dass das Gerät auf den Bereich mit der höchsten Intensität vor der Fackel ausgerichtet ist (Abb. 4). Dies ist unter Umständen auch eine sehr nützliche Methode für eine schnelle Leistungsprüfung des Geräts, da die maximale Intensität jeden Tag gleich sein sollte. Jede Änderung der Intensitätsmesswerte der Probe ist ein Hinweis auf eine mögliche Blockade an einer anderen Stelle im Gerät. Auf ähnliche Weise sollten die idealen Einstellungen für die horizontale und vertikale Fackelposition weitgehend übereinstimmen. Auch hier weisen plötzliche Änderungen auf mögliche andere Fackelprobleme hin.

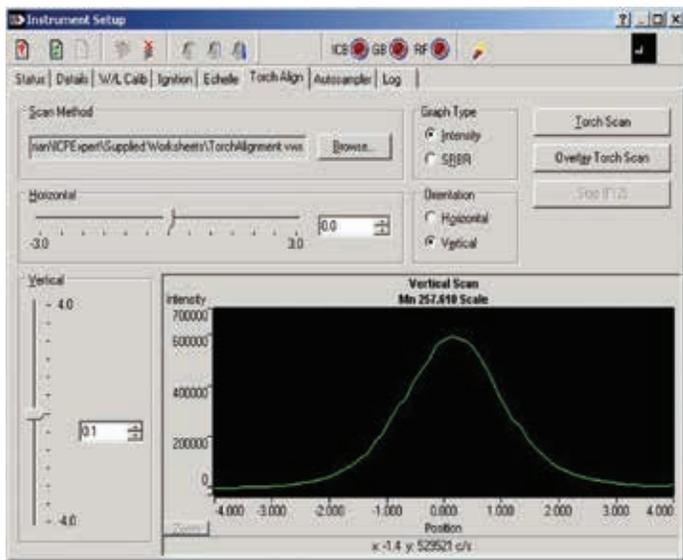
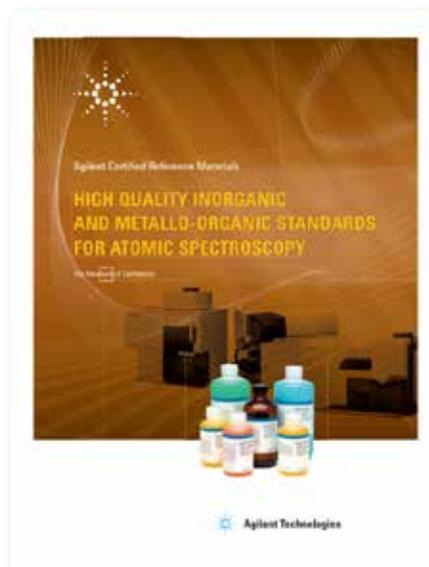


Abbildung 4.

Herstellen genauer Standards

Bei einem weiteren Ansatz, mit dem die Geräteleistung optimiert werden kann, geht es um die Herstellung von Kalibrierungsstandards. Für die genaue Quantifizierung ist immer ein Standard mit bekannter Zusammensetzung erforderlich, mit dem das Gerät kalibriert wird. Dies ermöglicht die Messung von unbekanntem Zusammensetzungen in der jeweiligen Probe. Die Genauigkeit der Analyse hängt voll und ganz von der Qualität der Standardherstellung ab. Jegliche Fehler oder Kontaminationen bei der Herstellung führen zu ungenauen Ergebnissen und anderen Problemen. Die Fehlerbehebung dieser Probleme kann wiederum mit Geräte-Ausfallzeiten verbunden sein. Sie müssen möglicherweise Zeit für die Herstellung von frischen Standards und der wiederholten Analyse von Proben aufwenden. Das Gerät wird länger betrieben und die Verbrauchsmaterialien des Geräts müssen schneller bzw. vorzeitig nachgekauft werden. In einem akkreditierten Labor ist der schlimmste Fall das Nichtbestehen eines Audits und der Verlust der ISO-Laborakkreditierung. In diesem Fall geht es um sehr viel.

Darum empfehlen wir zertifizierte Referenzmaterialien zur Herstellung von Kalibrierungsstandards. Agilent bietet solche zertifizierten Referenzmaterialien an, die nach ISO 9001 Guide ISO 34 hergestellt und in einem nach ISO 17025 arbeitenden Testlabor zertifiziert werden (Abb. 5). Darüber hinaus werden alle Ausgangsmaterialien und Lösemittel vor der Herstellung auf Verunreinigungen getestet. Die Standards sind rückverfolgbar. Die Zertifizierung erfolgt nach den Hochleistungs-Testprotokollen des US-amerikanischen National Institute of Standards and Technology (NIST). Alle Standards und zertifizierten Referenzmaterialien von Agilent sind direkt auf die Standardreferenzmaterialien der NIST-Serie 3100 rückverfolgbar. Die Standards sind kontaminationsfrei, da sie in vorgereinigten Flaschen aus hochreinem Polyethylen hoher Dichte abgefüllt und



[Zur Anzeige der Broschüre klicken](#)

Abbildung 5.

versiegelt werden, damit auch beim Transport keine Kontamination stattfinden kann. Die meisten Standards haben eine Haltbarkeit bis zu 18 bis 24 Monaten. Diese Haltbarkeit wurde in Kurzzeit- und Langzeit-Stabilitätsstudien belegt und gründlich überprüft. Tests auf Verunreinigungen werden mit einem Agilent ICP-MS durchgeführt. Die tatsächlichen Konzentrationen von bis zu 68 Spurenverunreinigungen werden angegeben.

Es sind Einzel- und Multielement-Kalibrierstandards in verschiedenen Konzentrationen erhältlich. Diese eignen sich für die Atomabsorption, ICP-OES und ICP-MS. Außerdem steht ein umfangreiches Angebot an metallorganischen Standards zur Verfügung für Labore, die beispielsweise Öl- oder Biodieselproben analysieren. Auch sind verschiedene Tuning- und Kalibrierungsstandards für Geräte von Agilent und PerkinElmer erhältlich.

Es gibt einige einfache Maßnahmen, die Sie ergreifen können, um die Herstellung von Standards und die Genauigkeit zu verbessern. Erstens müssen Sie darauf achten, dass das Haltbarkeitsdatum der Standards noch nicht abgelaufen ist und dass Sie mit kalibrierten Pipetten und Messkolben der Klasse A arbeiten. Es ist gute Praxis, die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit dieser Pipetten regelmäßig zu prüfen. Die beste Gesamtgenauigkeit wird erzielt, wenn statt einem großen Verdünnungsschritt mehrere kleine Verdünnungsschritte in Serie durchgeführt werden. Als nächstes sollten Sie über die Konzentration Ihrer Standards nachdenken. Niedrigkonzentrierte Standards haben eine begrenzte Haltbarkeit. Daher wird empfohlen, Standards im ppb-Konzentrationsbereich und darunter bei jeder Analyse aus höher konzentrierten Stammlösungen frisch anzusetzen. Wie sollten Standards aufbewahrt werden? Kunststoffgefäße (insbesondere aus PFA oder FEP) ermöglichen eine bessere Stabilität. Allerdings gilt dies nur, wenn Sie nicht vergessen, Ihre Standards bei der Herstellung mit zusätzlicher Säure zu stabilisieren.

Neben der Herstellung genauer Standards müssen auch Strategien erwogen werden, mit denen mögliche Kontaminationen vermieden werden. Kontaminationen stammen von allen Dingen, die bei der Lagerung, dem Aufschluss, der Verdünnung und der Analyse mit der Probe in Kontakt kommen. Was sind die wichtigsten Strategien? Zunächst prüfen Sie die Reinheit der Reagenzien. Hier ist das Analysenzertifikat sehr hilfreich. Im Analysenzertifikat für zertifiziertes Referenzmaterial von Agilent sind alle potenziellen Verunreinigungen und ihre tatsächlichen Konzentrationen angegeben. So können Sie sofort sehen, ob ein bestimmtes Reagenz oder ein bestimmter Standard Ihre Analyse stören könnte. Wie steht es aber mit anderen möglichen Kontaminationsquellen? Da ist das Reagenzwasser, das im Labor verwendet wird. Es soll in diesem Zusammenhang noch einmal erwähnt werden, dass Kunststoffbehälter (insbesondere aus FEP oder PFA) zu bevorzugen sind, da sie insbesondere im Vergleich zu Borosilikatglas weniger wahrscheinlich Kontaminationen abgeben. Viele Laboranalytiker arbeiten mit farbigen Pipettenspitzen. Diese können jedoch erhebliche Kontaminationsquellen sein, insbesondere für Zink, Cadmium, Eisen und Kupfer. Daher ist es besser, mit farblosen Spitzen zu arbeiten, eine Kontamination ist dann weniger wahrscheinlich.

Die Pumpenschläuche nicht vergessen

Ein weiterer möglicher Problembereich im Hinblick auf beste Geräteleistungen sind die Schläuche der peristaltischen Pumpe. Idealerweise sollten Abfallschläuche einen größeren Innendurchmesser besitzen als Probenschläuche, damit Abfallflüssigkeit immer effizient aus dem Probenzuführungssystem entfernt wird (Abb. 6). Die Schläuche müssen außerdem gegen das verwendete Lösemittel beständig sein. PVC-Schläuche eignen sich für die meisten Aufschlüsse mit Säuren. Wenn Sie aber mit einem organischen Lösemittel arbeiten, müssen Sie sich mehr Gedanken über die chemische Kompatibilität machen. Es ist möglich, dass Sie wegen der benötigten Lösemittelbeständigkeit mit Viton- oder Marprene-Pumpenschläuchen arbeiten müssen. Es ist immer gute Praxis, neue Schläuche zu reinigen, um mögliche Kontaminationen zu entfernen. Schläuche sollten zudem regelmäßig ausgetauscht werden. Alte Pumpenschläuche können viele Probleme verursachen, insbesondere hinsichtlich der Präzision, Stabilität und Drift. Als Faustregel gilt, dass Sie die Schläuche mindestens wöchentlich austauschen sollten, wenn Sie an fünf Tagen in der Woche Analysen mit dem Gerät durchführen. Am wichtigsten ist jedoch, dass Sie nach Abschluss der Analyse den Pumpenschlauch aus den Pumpenhalterungen nehmen, den Andruckbügel abnehmen und diesen aus seiner Position um die Pumpe herum entfernen. Auf diese Weise kann der Schlauch sich etwas entspannen und erholen. Bevor Sie den Schlauch wieder in die Pumpe einspannen, rollen Sie ihn zwischen den Fingern, um jegliche abgeflachte Stellen zu ermitteln. Wenn der Schlauch offensichtlich abgenutzt aussieht oder gedehnt ist (Abb. 7), dann müssen Sie ihn sofort ersetzen.

Abfallschlauch mit
blau/blauen Reitern,
ID: 1,65 mm



Probenschlauch
mit weiß/weißen
Reitern, ID:

Abbildung 6.



Abbildung 7.

Ohnehin gilt, dass Sie bei irgendwelchen Zweifeln bezüglich des Schlauchs diesen immer sofort ersetzen sollten. Wenn der auf den Pumpenschlauch ausgeübte Druck nicht korrekt ist, kann der Fluss der Flüssigkeit im Probenzuführungssystem unberechenbar sein. Spannen Sie den Schlauch nicht zu sehr. Solange der Pumpvorgang glatt und effizient läuft, ist alles in Ordnung. Wenn Sie im Flüssigkeitsstrom Luftblasen erkennen können, sollten Sie den festen Sitz der Verbindungsstücke prüfen bzw. nach einer Undichtigkeit im System suchen. Ein ungleichmäßiger Fluss der Flüssigkeit durch den Zerstäuber ist ein Hinweis darauf, dass das Probenzuführungssystem irgendwo verstopft ist. In diesem Fall ist zu prüfen, ob Komponenten gereinigt werden müssen.

Es ist wichtig, am Ende der Analyse einige wenige einfache Schritte durchzuführen, mit denen Sie die Lebensdauer der Pumpenschläuche verbessern und die Wahrscheinlichkeit einer Verstopfung am Zerstäuber oder Injektor senken können. Vor der Abschaltung des Plasmas sollten Sie einige Minuten lang eine geeignete Spüllösung aspirieren. Auf diese Weise wird eine Ablagerung von Probe in der Spitze des Zerstäubers vermieden. Dann wird jegliche verbleibende Flüssigkeit aus dem Pumpenschlauch und dem Probenzuführungssystem gepumpt; erst danach kann das Plasma abgeschaltet werden. Als nächstes nehmen Sie den Schlauch aus den Andruckbügeln des Geräts und entfernen die Stopper von den Halteschlitzten, damit der Schlauch nicht mehr über die Rollen der Pumpe gespannt ist und sich erholen kann. Sie sollten anschließend das Abfallgefäß leeren und das Gerät im Standby-Betrieb belassen, damit es so schnell wie möglich wieder hochgefahren werden kann.

Prüfen der analytischen Empfindlichkeit

Nun geht es mit der Wellenlängenkalibrierung weiter. Sie sollten diese Kalibrierung regelmäßig durchführen – gewöhnlich einmal im Monat. Im Rahmen dieses Verfahrens ordnet das Gerät die Positionen der Emissionssignale den physikalischen Pixeln auf dem Detektorchip zu. Wir empfehlen, diese Kalibrierung mit den gebrauchsfertigen Wellenlängenkalibrierungslösungen von Agilent durchzuführen. Diese stellen sicher, dass keine Komponenten fehlen und sorgen für eine bessere Reproduzierbarkeit dank der praktischen vorgemischten Lösung.

Liegt ein Wellenlängenkalibrierungswert typischerweise < 100 %, sollten Sie zunächst prüfen, ob die Probe das Plasma erreicht hat. Im nächsten Schritt prüfen Sie, ob der Boost-Spülgasfluss der Optik aktiviert wurde und stabil ist. Dies wird oft vergessen – der Boost-Spülgasfluss war nicht lange genug eingeschaltet und daher fehlen einige Wellenlängen im UV-Bereich.

Neben der Wellenlängenkalibrierungsroutine gibt es mehrere andere Vorgehen, mit denen Sie den Zustand eines bestimmten Geräts prüfen können. Die aktuelle Software für Agilent ICP-OES-Geräte zeigt einen optischen Statusbereich an. In diesem sind der Status der aktuellen Gerätefunktionen und mögliche Probleme sofort erkennbar (Abb. 8).

Die Software erlaubt außerdem die Durchführung von Leistungstest zu jedem Zeitpunkt. Diese Tests können nützlich sein, um zu prüfen, ob das Gerät ordnungsgemäß funktioniert. Dabei müssen Sie keine vollständige Testsequenz durchführen - wählen Sie einfach die gewünschten Tests aus. Beispielsweise können Sie sich mit den Geräteleistungstests auf mögliche Empfindlichkeits- oder Präzisionsprobleme konzentrieren, die auf mögliche Probleme im Probenzuführungssystem hinweisen. Die Tests sind also eine sehr schnelle und praktische Methode zur Prüfung des Gerätezustands vor einem langen Analysenlauf.

Im optischen Statusbereich werden der Zustand der wichtigsten Gerätefunktionen angezeigt und Probleme/Fehler hervorgehoben.

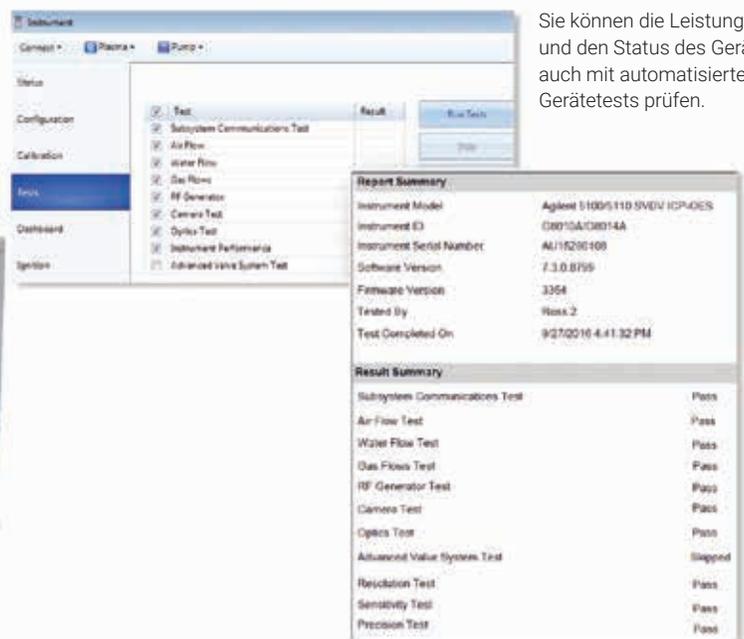


Abbildung 8.

Das Gerät enthält weitere Sensoren an anderen Stellen, die im Rahmen der Diagnostik und der Fehlersuche ebenfalls wertvolle Dienste leisten. An den Druckmessern können Sie schnell ablesen, ob bestimmte Probleme vorliegen. Beispielsweise lässt der Rückdruck im Zerstäuber sofortige Schlüsse auf jegliche Ablagerungen im Zerstäuber zu. Bei Bildung von Ablagerungen und Blockaden steigt der Rückdruck im Zerstäuber. Das Gerät gibt eine entsprechende Meldung aus. Steigt der Druck zu hoch an, wird die Analyse sogar automatisch unterbrochen. Doch bevor Sie diesen Punkt erreichen, können Sie im Dashboard regelmäßig den Zustand Ihres Geräts prüfen. Der Zerstäubertest erlaubt eine Leistungsprüfung des Zerstäubers vor Beginn der Analyse.

Weiterhin finden es Anwender und insbesondere Anfänger schwierig zu bestimmen, welche Wellenlänge für die Methodenentwicklung verwendet werden sollte. Auch für diese Aufgabe stehen Geräte-Software-Tools zur Verfügung, die diesen Prozess vereinfachen. Ein wichtiges Tool ist die Intelliquant Software für Agilent 5110 ICP-OES. Es erlaubt die Analyse einer Probe und erstellt eine Heat Map, auf der die relativen Konzentrationen aller gefundenen Elemente dargestellt sind (Abb. 9). Dies ist von unschätzbarem Wert für die Methodenentwicklung. Das Intelliquant Tool gibt außerdem Hinweise auf die Konzentrationen der betreffenden Analyten. Diese werden optisch als Spektrum angezeigt.

Die Quantifizierung mit diesem Tool wird von einer Serie von Kalibrierungsstandards von Agilent unterstützt. Mit diesen kann die Genauigkeit des Intelliquant Verfahrens verbessert werden. Die Standards sind als Kit, aber auch einzeln erhältlich. Durch Analyse dieser Standards kann die Quantifizierung bei der standardmäßigen Kalibration verbessert werden: So kann die Software genauer



Sie können die Leistung und den Status des Geräts auch mit automatisierten Gerätetests prüfen.

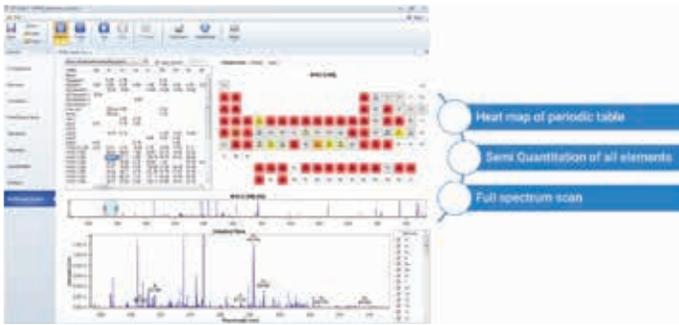


Abbildung 9.

arbeiten. Die Software wird von älteren Agilent 700 ICP-OES-Geräten nicht unterstützt. Trotzdem können Intelliquant Standards zusammen mit semiquantitativen Arbeitsblättern verwendet werden, um ähnliche Funktionalität zu erzielen.

Eine weitere Herausforderung, der sich viele Anwender stellen müssen, ist die Messung von niedrigkonzentrierten Proben. Wie kann die Empfindlichkeit für solche niedrigkonzentrierten Analyten verbessert werden?

Eine einfache Maßnahme ist eine längere Messdauer bei Wiederholmessungen. Die Verlängerung der Messdauer von 1 auf 5 Sekunden kann die Genauigkeit der Signalbestimmung verbessern. Noch längere Messdauern erlauben natürlich noch genauere Probenanalysen. Auf diese Weise kann eine signifikante Verbesserung der Nachweisgrenze erzielt werden.

Ein weiterer Ansatz setzt beim Typ der Zerstäuberkammer an, mit der Ihr Gerät ausgestattet ist. Der Wechsel zu einem Design mit einfachem Durchgang ohne internes Tauchrohr verbessert die Effizienz des Probentransports in das Plasma und hat erhebliche Auswirkungen auf das Signal und die Nachweisgrenzen. In Abb. 10 ist für Arsen, Selen und Blei dargestellt, wie die Umstellung auf eine Zerstäuberkammer mit einfachem Durchgang die Nachweisgrenze verbessern kann.

Bei Elementen, die Hydride bilden, insbesondere Arsen, Selen und Quecksilber, kann ein Wechsel zu einem [Multimode Sample Introduction System \(MSIS\)](#) sinnvoll sein. Dabei handelt es sich um eine Zerstäuberkammer für ICP-OES- und Mikrowellenplasma, mit der Routine- und hydridbildende Elemente gleichzeitig bestimmt werden können. Dies bedeutet, dass möglicherweise ein einziger Probenaufschluss ausreicht, um alle Elemente zu messen (Abb. 11). Für die Arbeit mit diesem System wird eine Vier-Kanal-Pumpe benötigt. Wenn keine Vier-Kanal-Pumpe vorhanden ist, kann aber auch eine eigenständige peristaltische Pumpe verwendet werden. Die Probe wird auf herkömmliche Weise durch den Zerstäuber gepumpt – sie dient zur Bestimmung der

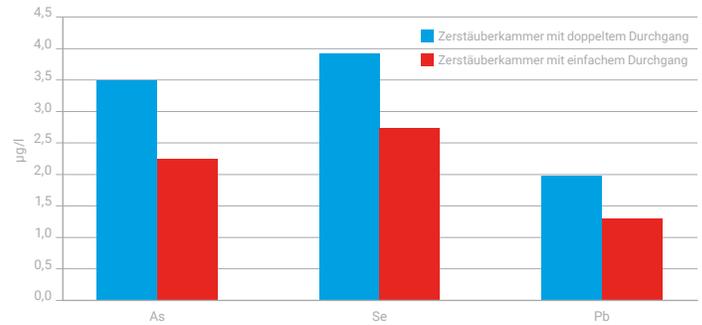


Abbildung 10. Nachweisgrenzen, 30 Sekunden, axiale Ansicht.

Routineelemente. Zur Bestimmung der hydridbildenden Elemente wird etwas Probe von unten und ein geeignetes Reduktionsmittel von oben in die Zerstäuberkammer gepumpt. Die Probe und das Reduktionsmittel reagieren und bilden Hydride oder trennen den Analyten chemisch von der Matrix. Der Hydrid Dampf wird anschließend zusammen mit dem Proben aerosol in das Plasma eingeführt, was die gleichzeitige Bestimmung erlaubt.

Warum sollten Sie so vorgehen? Nun, der Vorteil ist eine bessere Nachweisgrenze. Das gilt insbesondere für schwierige Elemente, für die die Empfindlichkeit allgemein niedrig ist, z. B. Arsen, Selen, Antimon und Quecksilber. Die Nachweisgrenze kann mit einem MSIS-System um eine Größenordnung verbessert werden, d. h. bis in den Sub-ppb-Bereich gedrückt werden. Diese Analyten können daher genauer bestimmt werden. Die Grenzen für den Nachweis von anderen Elementen wird davon nicht wesentlich beeinflusst. Daher können schwierige Elemente besser und Routineelemente gleich gut nachgewiesen werden.

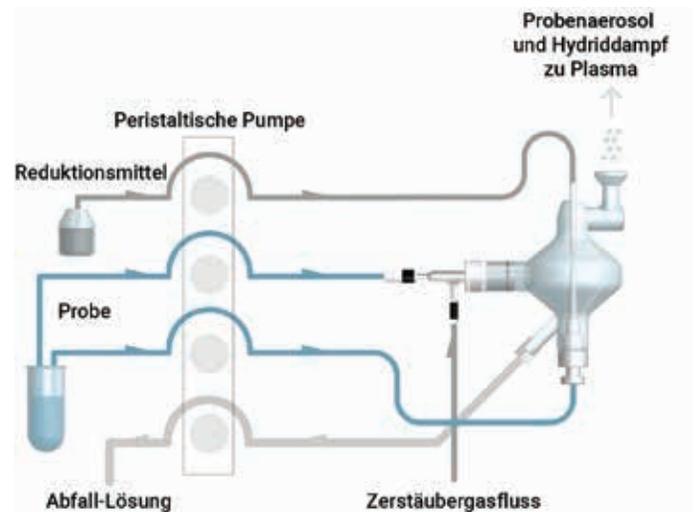


Abbildung 11. Funktionsprinzip des MSIS.

Routinewartung

Mit den folgenden empfohlenen Wartungsplänen stellen Sie sicher, dass Sie immer die beste Leistung aus Ihrem ICP-OES-Gerät herausholen:

Täglich: Prüfen Sie das Abgassystem und die Argongasdrücke; prüfen Sie das Probenzuführungssystem auf mögliche Blockaden im Injektor, in der Fackel und im Zerstäuber. Prüfen Sie den Schlauch der peristaltischen Pumpe auf zu starke Dehnung oder flache Stellen. Inspizieren Sie die Zerstäuberchamber visuell auf jegliche Bildung von Flüssigkeitstropfen auf der Innenseite, um sicherzustellen, dass der Flüssigkeitsablauf reibungslos und effizient ist.

Wöchentlich: Reinigen Sie die Komponenten der Probenzufuhr, insbesondere das Bonnet auf der Fackel oder den Voroptik-Konus bei axialer ICP-OES. Prüfen Sie den Wasserstand im Kühler für Ihr ICP-OES-Gerät.

Monatlich: Reinigen Sie die Zerstäuberchamber und den Zerstäuber. Prüfen Sie dabei den Zustand der sonstigen Transferleitungen und ersetzen Sie alle abgenutzten Komponenten. Inspizieren Sie die Luftfilter des Geräts und des Kühlers. Sie müssen sauber sein: Entfernen Sie jeglichen Staub oder andere Verschmutzungen, die sich angesammelt haben, damit das Gerät und das Kühlwasser effizient gekühlt werden. Der Wasserfilter des Geräts muss regelmäßig gereinigt werden. Die Argonfilter müssen unter Umständen ausgewechselt werden. In vielen Fällen werden diese Aufgaben von einem Agilent Servicetechniker im Rahmen eines Programms für vorbeugende Wartung übernommen. Wenn Sie also eine Servicevereinbarung haben, brauchen Sie diese Aufgaben unter Umständen nicht selbst durchzuführen.

Andere häufige Probleme

Es werden häufig Fragen über Probleme bei der Plasmazündung gestellt. Die häufigste Ursache für ein Problem bei der Plasmazündung ist eine Luftleckage im Probenzuführungssystem. Prüfen Sie das System auf lose Anschlüsse, beschädigte Komponenten oder auf Fittings, die vielleicht nicht korrekt am Gerät angebracht worden sind (gilt besonders für ältere Geräte). Bei modernen Geräten wie 5100 ICP-OES-Systemen ist dies kein Thema mehr, da die Anschlüsse automatisch hergestellt werden. Ähnliche Überlegungen gelten für die Position der Fackel in älteren Geräten. Wieder geht es darum, zu prüfen, ob sie sich in der richtigen Position befindet. Ein weiteres häufiges Problem ist der Notschalter auf dem Gerät. Nach dem Drücken des Notschalters muss das Gerät manuell zurückgesetzt werden: bis zur Zurücksetzung ist die Zündung des Plasmas deaktiviert.

Eine weitere häufige Frage dreht sich um Memory-Effekte bei der Messung von hohen Konzentrationen (Abb. 12). Memory-Effekte werden bei verschiedenen häufig vorkommenden Elementen wie Bor, Quecksilber, Molybdän, Strontium und Zink beobachtet. Der Messwert des ersten Replikats bei einer niedrigkonzentrierten Probe ist hoch, aber die Messwerte folgender Replikate sind viel niedriger, was die Präzision beeinträchtigt. Dieses Problem wird gelöst, indem Sie eine auf die Matrix abgestimmte angesäuerte

Spüllösung verwenden und mit einer geeigneten Spüldauer arbeiten. Die Spülung sollte bei den meisten Applikationen mindestens 30 Sekunden dauern. Können Memory-Effekte so nicht verhindert werden, stehen Ihnen weitere mögliche Strategien zur Verfügung. Die Software-Funktion der intelligenten Spülung hilft Ihnen beispielsweise, das Ausspülen eines bestimmten Analyten zu optimieren und zu überwachen. Sie könnten ein Wechselventil verwenden, um die Spülcharakteristika zu verbessern. Oder Sie könnten eine andere Art von Zerstäuberchamber verwenden, die schneller ausgespült werden kann.

Wenn Sie für Ihr ICP-OES-Gerät einen automatischen Probengeber verwenden, sind weitere mögliche Probleme zu beachten. Beispielsweise ist die Transferleitung, die beide Systeme verbindet, länger. Daher kann die Probenaufnahme länger dauern oder es können Memory-Effekte auftreten. Idealerweise möchten Sie schnell pumpen, um die Aufnahmeverzögerung auf ein Minimum zu begrenzen. Arbeiten Sie mit einer geeigneten Sonde. Wenn Sie Proben mit hohem Salzgehalt oder höherer Viskosität analysieren, müssen Sie im Gerät eine Sonde mit größerer Öffnung verwenden, damit die Sonde nicht verstopft wird.

Denken Sie auch darüber nach, was mit Ihren Proben passieren könnte, während sie sich im automatischem Probengeber befinden und auf die Analyse warten. Möglich sind eine Kontamination mit Staub oder Schmutz aus dem Labor und eine Verdampfung und daher eine vorab stattfindende Anreicherung der Probe. Weiterhin kann die Probe beim Warten auf die Analyse einen Niederschlag im Probenfläschchen bilden. Denken Sie an diese Möglichkeiten und ergreifen Sie geeignete Gegenmaßnahmen.

Abschließend empfehlen wir, dass Anwender zusätzliche Ersatzteile für das Probenzuführungssystem vorrätig halten, damit der Betrieb des ICP-OES-Geräts nicht unterbrochen werden muss. Mit diesen Ersatzteilen, d. h. Schläuchen, Fackeln, Zerstäubern und Zerstäuberchammern, können Sie den Gerätebetrieb auch bei Verstopfung bzw. Beschädigung dieser Komponenten fortführen. Ist ein Ersatzteil vorrätig, kann die Komponente ersetzt und die Analyse fortgeführt werden, während Sie das aufgetretene Problem beheben. Agilent bietet eine Reihe von Verbrauchsmaterialkits für ICP-OES-Geräte an. Dies kann eine praktische Methode sein, um wichtige Verbrauchsmaterialien vorrätig zu halten und den Routinebetrieb des Geräts zu unterstützen. Es sind Kits für 5100 ICP-OES-Geräte (Abb. 13), aber auch für ältere Geräte wie die 700 Serie erhältlich.

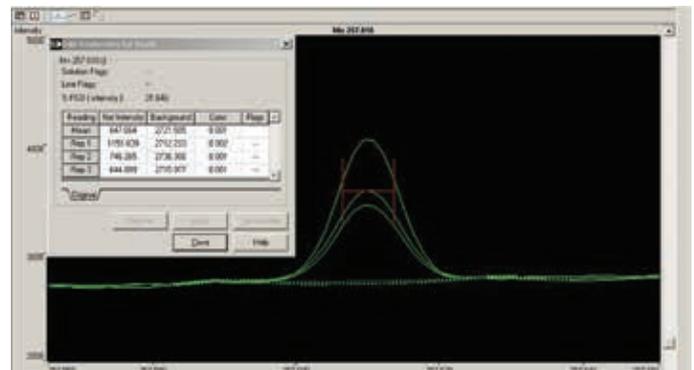


Abbildung 12.

Komponenten im Betriebsverbrauchsmaterialien-Kit
1 Easyfit zerlegbare Fackel mit 2 Ersatzaußenrohren
4 Packungen Pumpenschläuche (für Probe + Abfall)
1 Packung Pumpenschlauch und Verbindungsstücke für internen Standard
SeaSpray Zerstäuber (U Serie)
1 Packung Unifit Probenverbindungsstück für Zerstäuber, ID: 0,75 mm
1 Ezylok Gasanschluss für Zerstäuber
Twister-Zerstäuberkammer mit Helixdichtung
1 Packung Unifit Verbindungsstücke für Zerstäuberkammerdrainage
Ersatzfackelklemme für den Kugelgelenksockel der Zerstäuberkammer
Präoptisches Ersatzfenster (axiales Kit mit zusätzlichem Fenster für die radiale Beobachtung)
Ersatz-O-Ring oder Unterlegscheibe für präoptisches Fenster
Kapillare für Probeneinlass
Schlauch für die Versorgung mit Zerstäubergas
Drainageschlauch für die Zerstäuberkammer mit 2 x Schlauchtüllen
Drainageschlauch für die Auffangwanne des Geräts
1 Packung Helixdichtungen für den Zerstäubereinlass der Zerstäuberkammer

Abbildung 13:

Ressourcen

[Seite mit ICP-OES-Ressourcen](#)

[Videos zur Fehlersuche](#)

[Agilent PlasmaNet ICP-OES E-Mail-Support-Forum](#)

[5100/5110 ICP-OES Kurzanleitung](#)

[Zubehör und Verbrauchsmaterialien für die ICP-OES \(Online-Store\)](#)

[Application Notes zur Elementspektroskopie von Agilent](#)

[Agilent Katalog für Spektroskopiezubehör und -Verbrauchsmaterialien](#)

[Hochwertige anorganische und metallorganische Standards von Agilent für die Elementspektroskopie](#)

[Katalog für Agilent Verbrauchsmaterialien für PerkinElmer ICP-OES- und ICP-MS-Systeme](#)

[Technische Übersicht zum Agilent MSIS](#)

[Aufgezeichnete Webinare von Agilent zum Thema Elementspektroskopie](#)

Zusammenfassung

Agilent bietet viele Elementspektroskopiesysteme an, ICP-OES ist nur eines davon. Es stehen Geräte für alle Applikationstypen zur Verfügung - von der herkömmlichen AAS über ICP-OES, ICP-MS (einschließlich der relativ neuen Triple-Quadrupol-ICP-MS) bis hin zu Mikrowellenplasmasystemen.

In dieser Präsentation ging es um die besonderen Herausforderungen, mit denen Ihr Labor vielleicht konfrontiert ist. Wir haben kurz beschrieben, wie die meisten möglichen Ursachen für Fehler und ungeplante Ausfallzeiten in Ihrem Labor auf Probleme beim Probenzuführungssystem zurückgeführt werden können. Wenn Sie sich also auf die Wartung des Probenzuführungssystems konzentrieren, können Sie das Risiko ungeplanter Ausfallzeiten senken. Dabei gaben wir einige Empfehlungen und beschrieben Wartungsverfahren. Diese können in die Standardarbeitsanweisungen Ihres Labors aufgenommen werden, was hilft, ein Wiederauftreten dieser Probleme zu verhindern.

Über den Autor

Eric Vanclay (Produktmarketingleiter für Spektroskopie-Verbrauchsmaterialien, Agilent Technologies, Melbourne, Australien)

Eric schloss 1985 ein Studium an der Monash University in Melbourne, Australien, mit einem BSc in Chemie ab. 1988 kam er zu Varian und übernahm verschiedene Aufgaben, darunter Product Manager für Atomabsorption, Außendienst-/Anwendungsspezialist für Europa, Product Manager für ICP-OES und Product Manager für MP-AES. Nach der Übernahme von Varian durch Agilent Technologies wurde er Produktmarketingleiter für Spektroskopie-Verbrauchsmaterialien mit Zuständigkeit für den Vertriebssupport, den Kundensupport, die Produktentwicklung und das Marketing für Spektroskopie-Verbrauchsmaterialien. Er verfügt über 30 Jahre Erfahrung im Bereich der Elementspektroskopiertechniken und arbeitet im Agilent Spectroscopy Technology Innovation Centre in Melbourne, Australien.



www.agilent.com/chem

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Gedruckt in den USA, 11. April 2019
5994-0859DEE

