



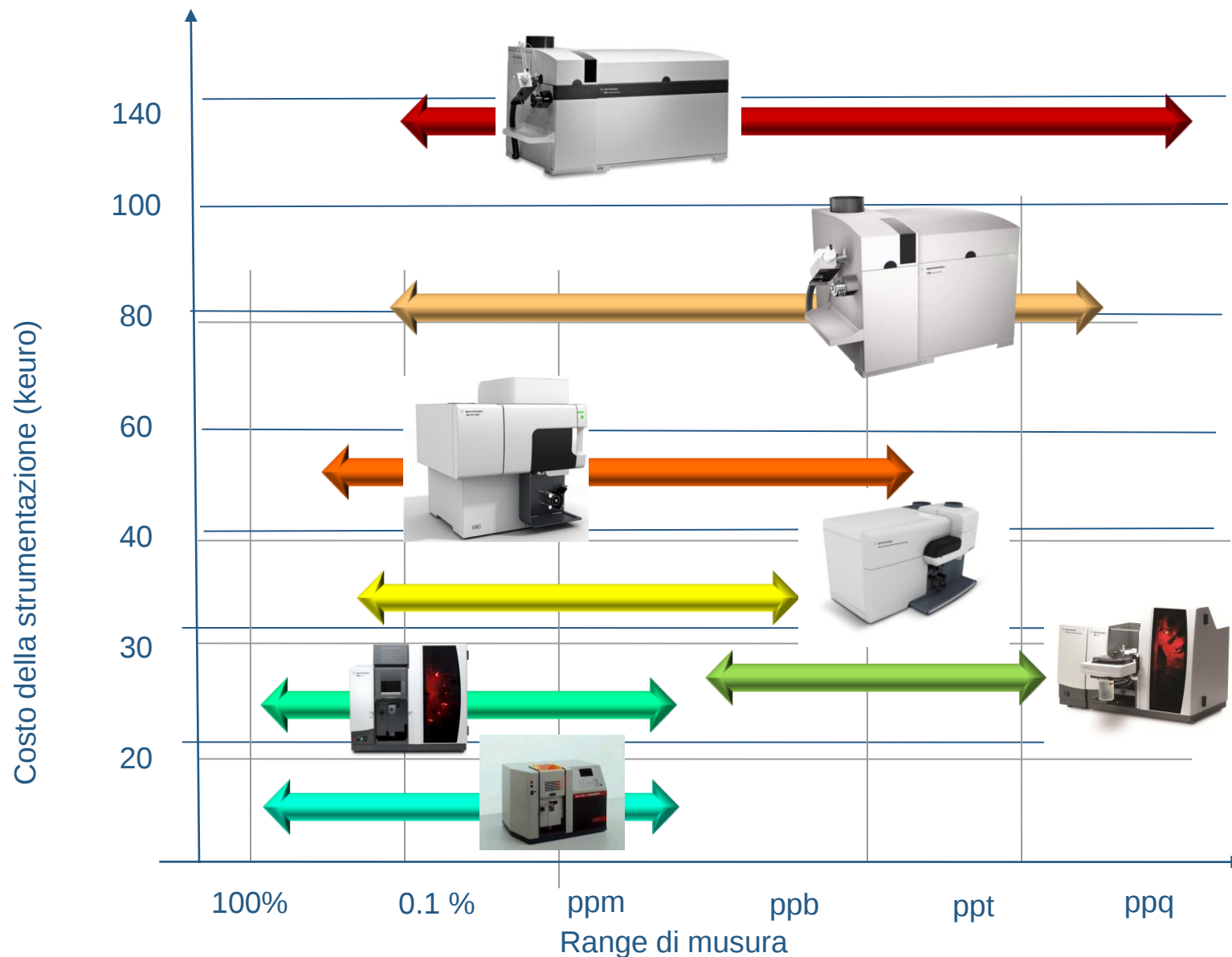
L'evoluzione della spettroscopia atomica: i nuovi ICP-OES e microwave plasma per la quantificazione degli elementi nei materiali.

Andrea Carcano
Spectroscopy Product
Specialist,
Agilent Technologies

Faenza, 19 Settembre 2014



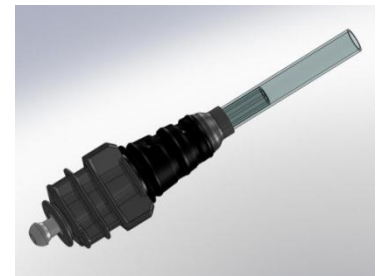
Atomic portfolio



Agilent Confidential

Spettrometro ad emissione atomica al plasma alle microonde (MP-AES)

- Nuova tecnica per l'analisi e la determinazione dei metalli usando l'emissione atomica
 - Sorgente plasma prodotto da microonde
 - Plasma composto da azoto: runs on air
- Aumento delle performances confrontate con AA fiamma
- Alta produttività grazie alla Fast Sequential Atomic Emission Spectroscopy
- Facile da usare:
 - Software molto intuitivo
 - Inserimento veloce della torcia
- Costi ridotti di utilizzo:
 - Runs on air – elimina la necessità di acetilene ed argon
 - Elimina la necessità di utilizzare lampade a catodo cavo
 - Massima sicurezza di utilizzo (no gas pericolosi)

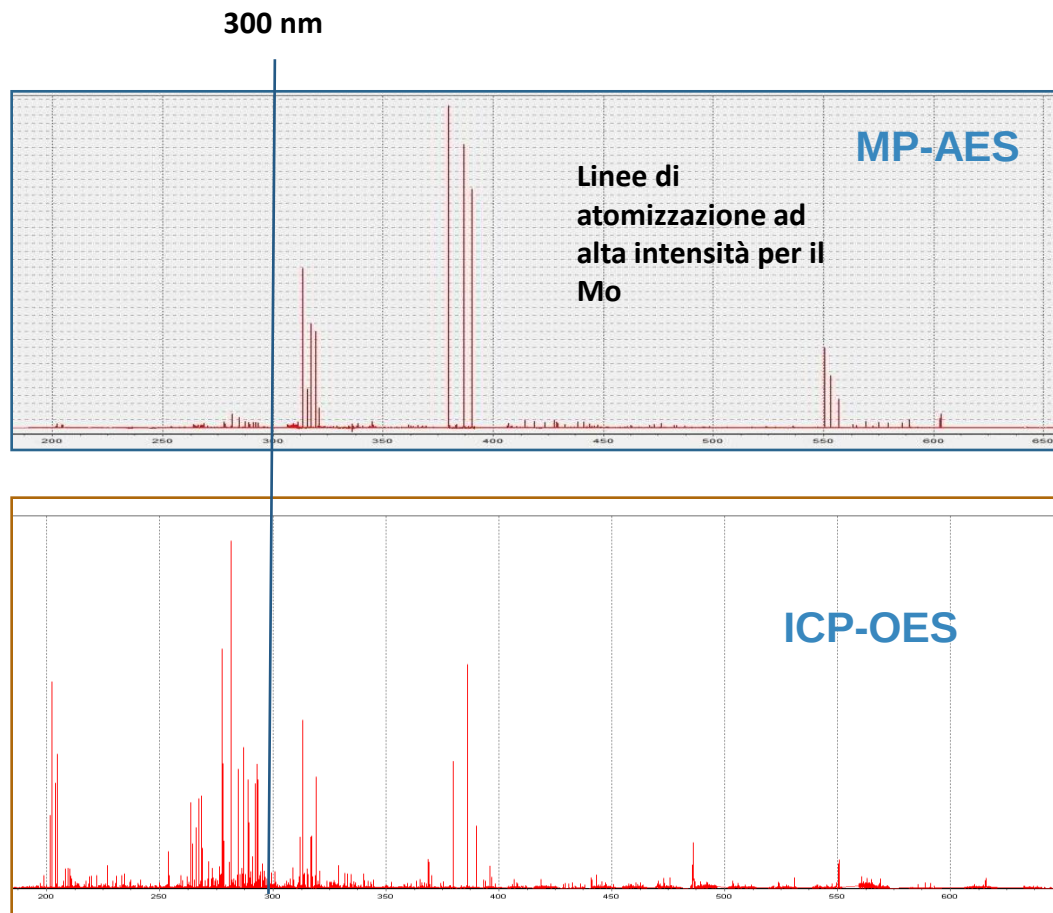
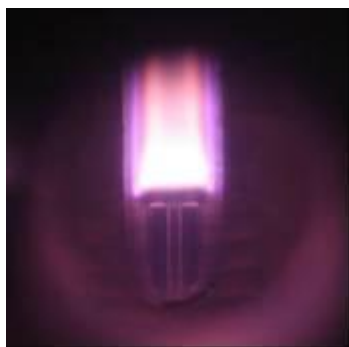


Perchè lavora in aria?

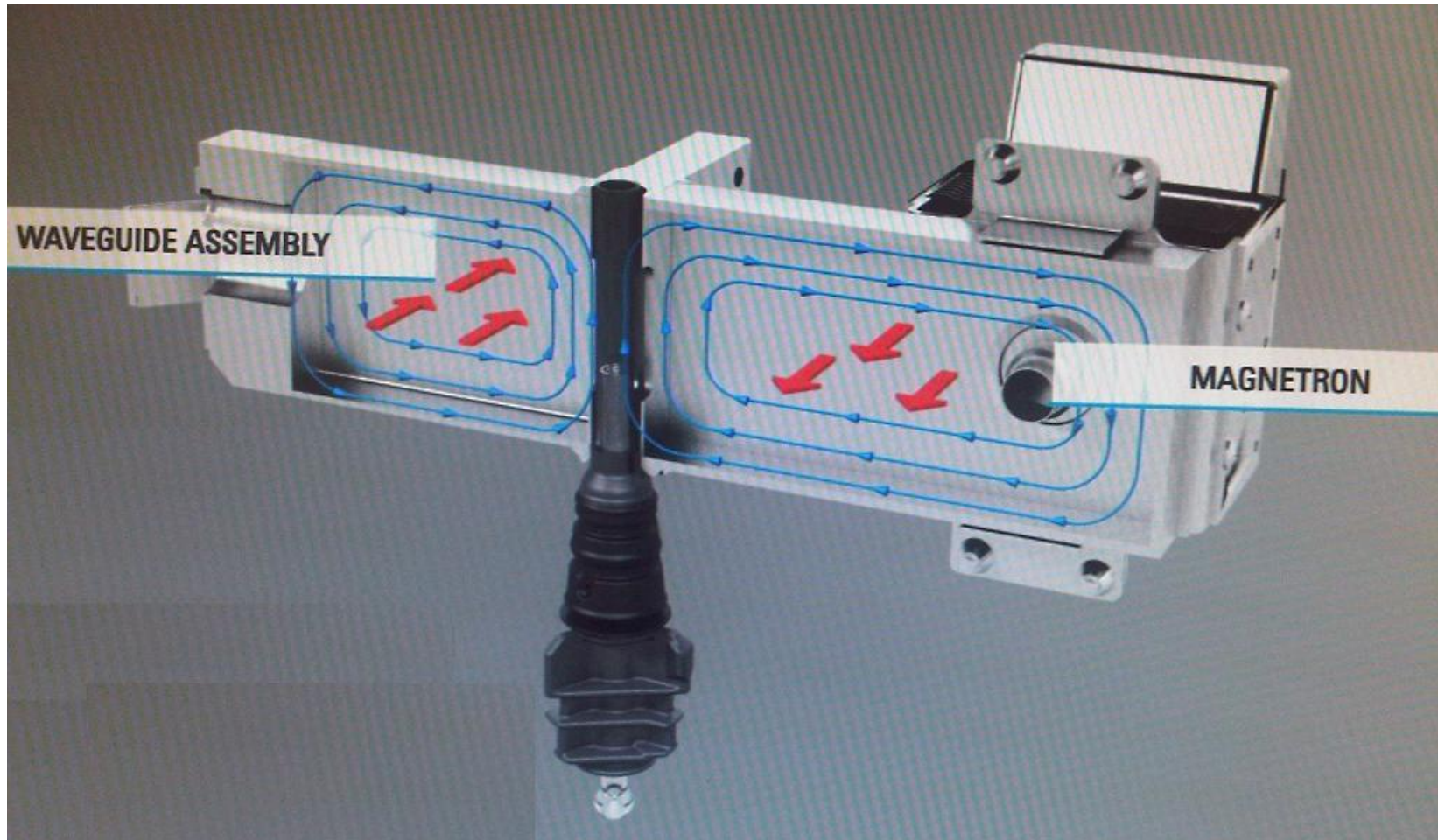
- Usando azoto si ottiene un plasma molto robusto anche con una torcia convenzionale
- Può essere usata una bombola per l'azoto oppure un generatore
- L'eccitazione magnetica produce un plasma toroidale e una zona centrale per l'introduzione del campione
- Le microonde permettono di ottenere:
 - Un plasma robusto, con alte temperature in una torcia convenzionale (circa 5000 ° K)
 - Una zona centrale dove poter atomizzare il campione
 - Creare linee di emissione atomiche con alte intensità

MP-AES spettro di emissione

N₂ MP-AES ...

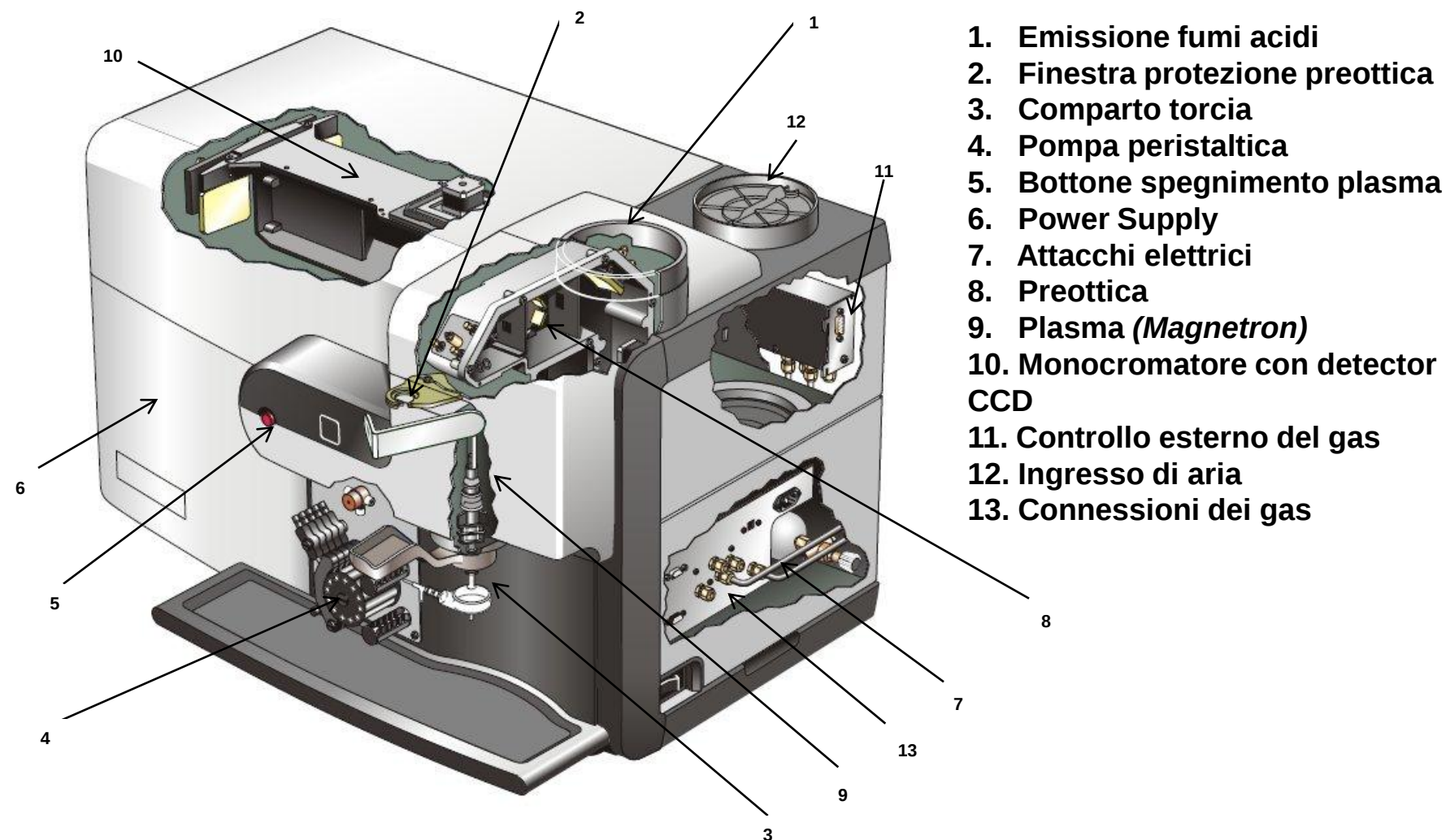


Sorgente plasma prodotto da microonde



Le linee blu indicano il campo magnetico
Le linee rosse indicano il campo elettrico

Schema dello strumento



Configurazione Assiale o Radiale?

Assiale



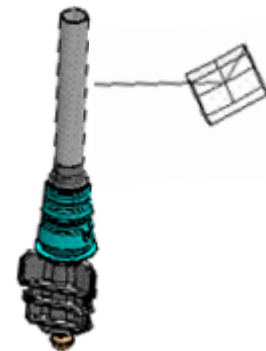
Vantaggi:

- Massima sensibilità (maggior cammino ottico)

Svantaggi:

- Bassa tolleranza alla matrice
- Consumo maggiore della torcia

Radiale



Vantaggi:

- Alta tolleranza alla matrice (solventi organici)
- Basso consumo della torcia

Svantaggi:

- Minor sensibilità (minor cammino ottico)

Vibrazione Assiale nel RMP4100

Assiale



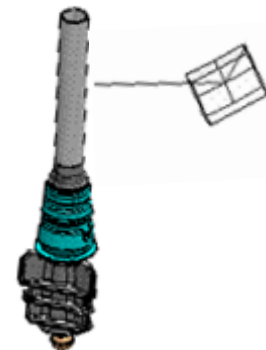
Vantaggi:

- Massima sensibilità
(maggior cammino ottico)

Svantaggi:

- Bassa tolleranza alla matrice
- Consumo maggiore della torcia

Radiale



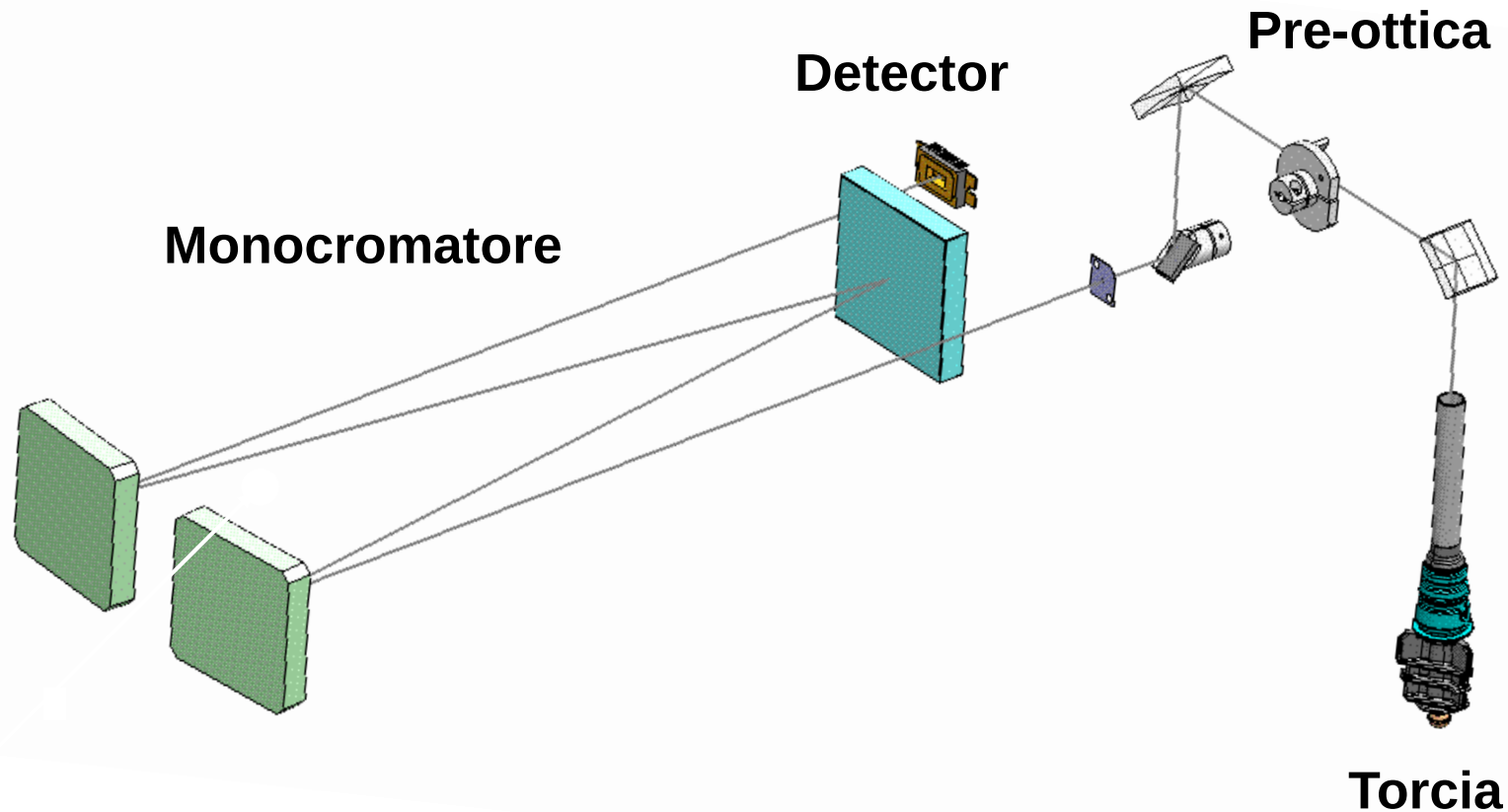
Vantaggi:

- Alta tolleranza alla matrice
(solventi organici)
- Basso consumo della torcia

Svantaggi:

- Minor sensibilità (minor cammino ottico)

Schema ottico



Posizionamento veloce della torcia non necessita di allineamento

Torch installation in three easy steps

1 Open
the torch
loader



2 Insert
the torch



3 Close
the torch
loader



Benefici per il cliente



Performances maggiori

- Naturale sostituto di un AA fiamma
- Plasma robusto per matrici difficili

Minori costi di analisi

- Lavora in aria
- Analisi mutli elementale
- Moderato numero di campioni analizzabili

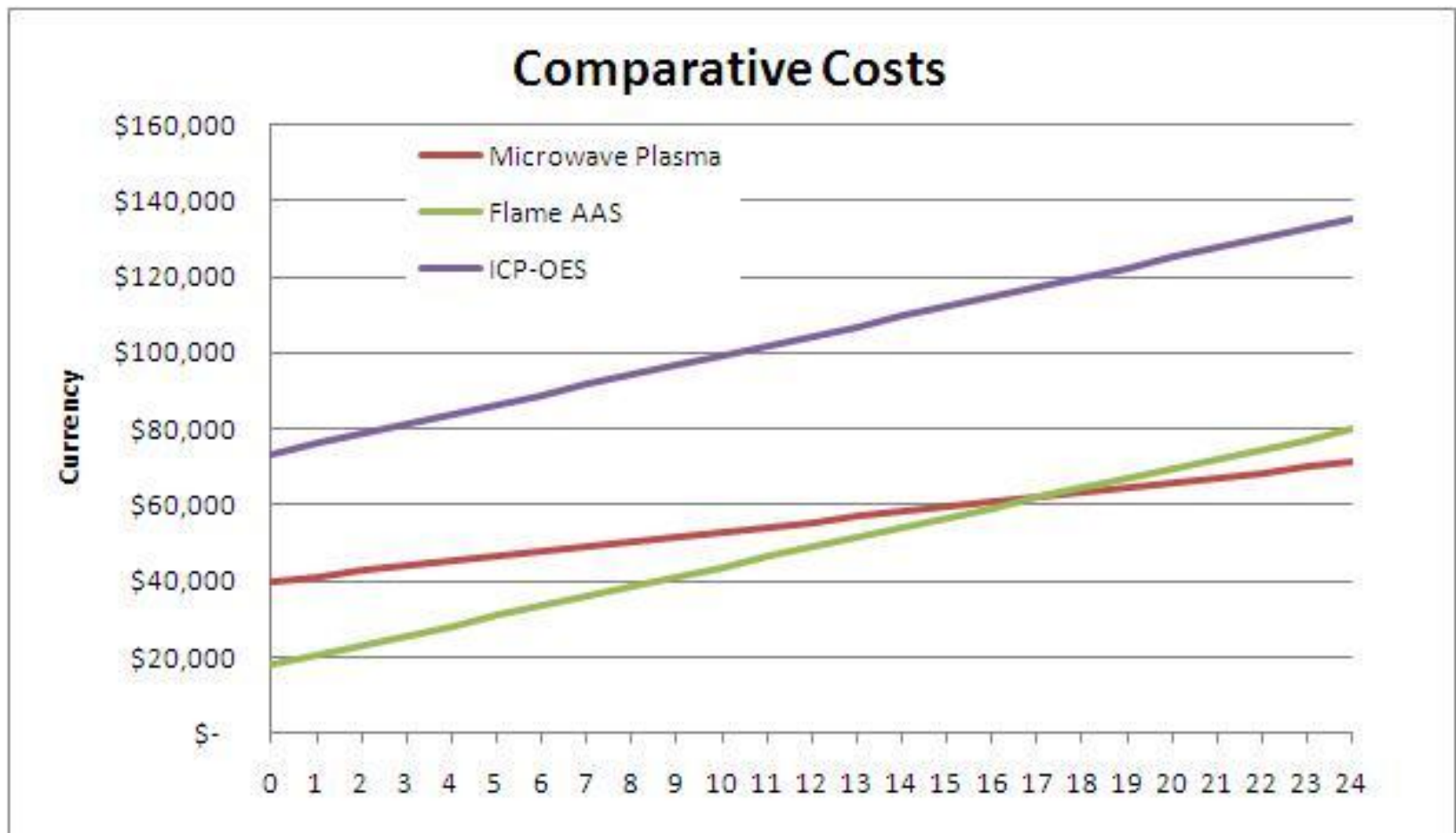
Analisi più veloci & facile utilizzo

- Misure in fast sequential
- Correzione simultanea del background
- Software di ultima generazione
- Torcia Plug & Play

Maggior sicurezza del laboratorio

- No gas infiammabili

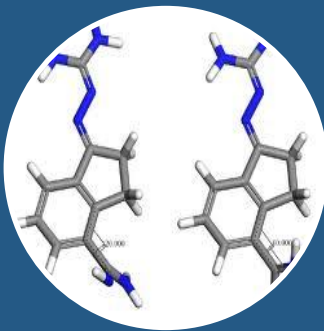
Basso costo di esercizio



Material science Application



WEEE/RoHS
Compliance



Metals in
Polymers



Food
Product
Labeling



Applicazioni tipiche nel settore Material Science



Elementi tossici nei giocattoli secondo la normativa WEEE/RoHs

Materiale di riferimento certificato

EC 681 :

Materiale di riferimento Europeo
Polietilene ERM-EC 681,
dall'Istituto dei materiali e
misure di riferimento (IRMM),
Belgio.

NMIJ 8102a :

Materiale di riferimento
certificato Resina 8102a ABS,
dall'Istituto nazionale di
metrologia del Giappone (NMIJ).



1° Metodo di preparazione del campione – EN1122B



Samples

- EC 681
- NMIJ 8102a



Digestione

- H_2SO_4
- H_2O_2
- Diluito a 100 mL



Analisi

- Tramite 4100 MP-AES

Possibilità di precipitazione di PbSO_4

2° Metodo di preparazione del campione – digestione con $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$



Samples

- EC 681
- NMIJ 8102a



Digestione

- HNO_3
- H_2O_2
- Diluito a 100 mL



Analisi

- Tramite 4100 MP-AES

Parametri strumentali

Parametro	Impostazione
Nebulizzatore	Concentrico in vetro
Spray chamber	Single pass ciclonica in vetro
Tubicini del campione	Bianco/bianco
Tubicini dello scarico	Blu/blu
Tempo di integrazione	10 s
Repliche	3
Velocità della pompa	12 rpm
Pressione al nebulizzatore	160 – 180 kpa (auto ottimizzata)
Correzione del background	Auto

MDL ottenuti usando il 4200 MP-AES

Elemento	Lunghezza d'onda (nm)	MDL (µg/Kg)	Valore richiesto EN 71 Part 3 (mg/kg)
Cd	228.802	2	50 - 75
Cr	425.433	1	25 - 60
Pb	368.347	10	90

Recuperi ottenuti sui materiali certificati

Cadmio		EC 681		NMIJ 8102a	
Metodo di digestione	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	
EN1122	21.1 ± 0.4	21.7 ± 0.7	10.64 ± 0.08	10.77 ± 0.2	
HNO ₃ /H ₂ O ₂	21.5 ± 0.5	21.7 ± 0.7	10.59 ± 0.13	10.77 ± 0.2	
Cromo		EC 681		NMIJ 8102a	
Metodo di digestione	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	
EN1122	18.2 ± 0.4	17.7 ± 0.6	27.99 ± 1.26	27.87 ± 0.35	
HNO ₃ /H ₂ O ₂	17.4 ± 0.2	17.7 ± 0.6	28.05 ± 0.13	27.87 ± 0.35	
Piombo		EC 681		NMIJ 8102a	
Metodo di digestione	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	Misurato (mg/kg)	Certificato (mg/kg)	
EN1122 Digest	14.2 ± 0.4	13.8 ± 0.7	111.97 ± 3.72	108.9 ± 0.89	
HNO ₃ /H ₂ O ₂	14.0 ± 0.4	13.8 ± 0.7	109.71 ± 3.60	108.9 ± 0.89	

Requisiti europei EN71 Part 3



La normativa EN 71 Part 3 (1998) definisce i requisiti minimi nei test di cessione o rilascio per gli elementi inorganici

- Questi standard di qualità sono adottati anche in molti paesi fuori dalla Comunità Europea
- Concentrazione massima ammissibile come rilascio dai materiali dei giocattoli in mg/kg secondo la normativa EN 71 Part 3

Toy Materials	Elements							
	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
Modelling clay & finger paints	60	25	250	50	25	90	25	500
Any other toys	60	25	1000	75	60	90	60	500



Agilent 5100 ICP-OES



Agilent 5100 ICP-OES portfolio

- 3 differenti configurazioni



SVDV*

- Synchronous Vertical Dual View

VDV

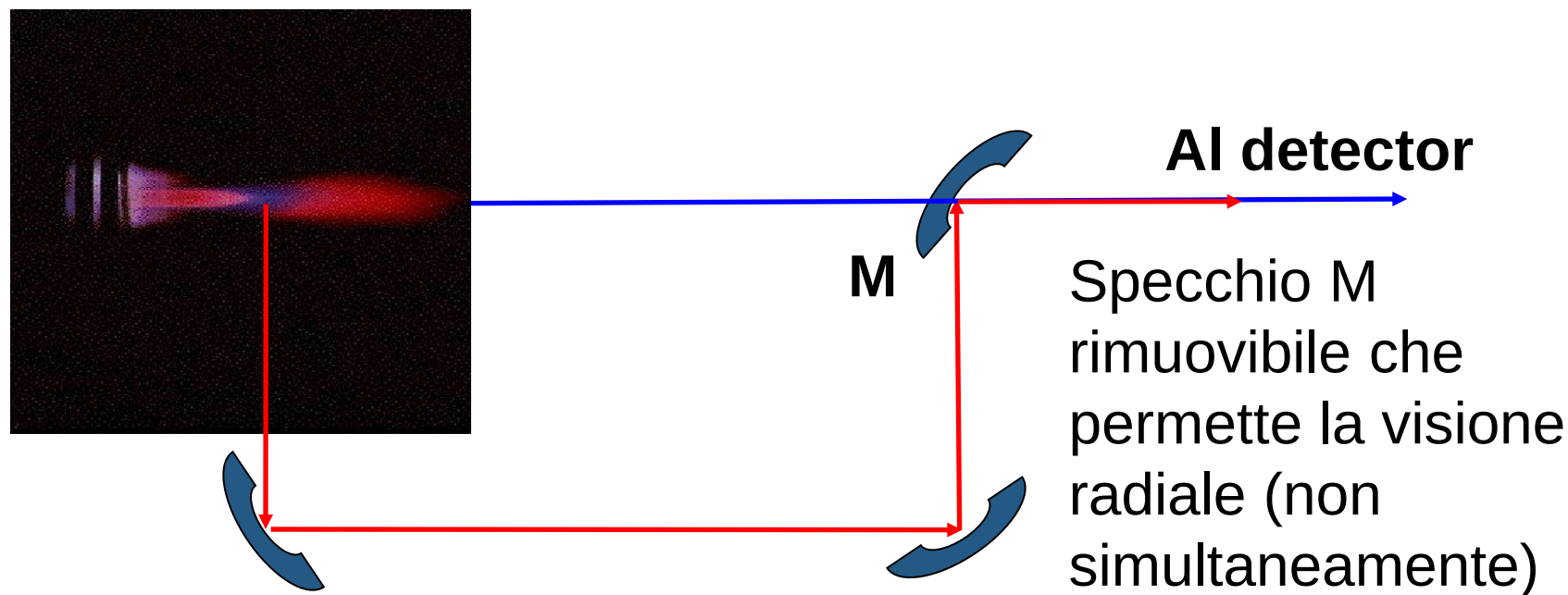
- Vertical Dual View

RV

- Radial View

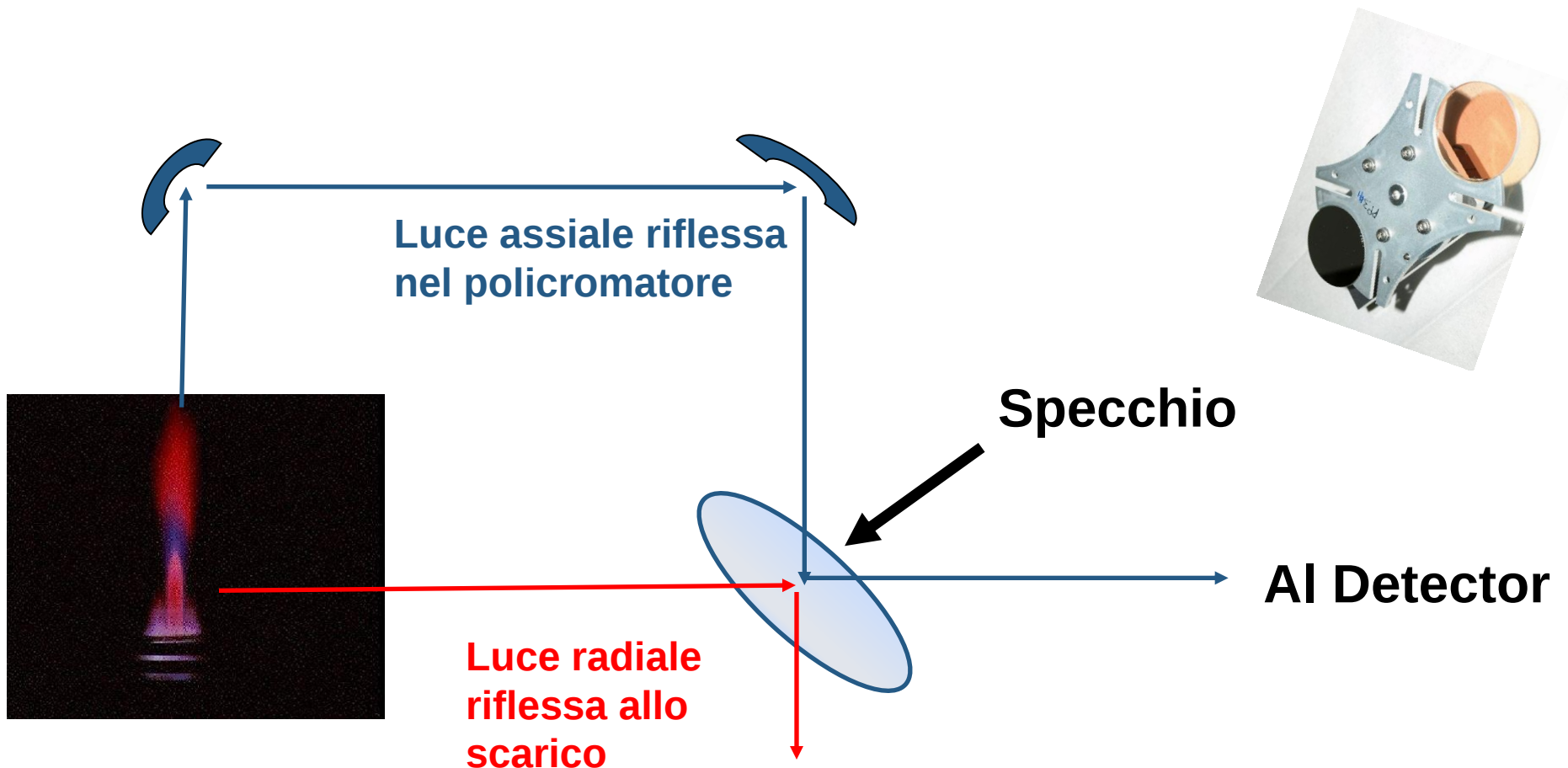
*Agilent 5100 Synchronous Vertical Dual View with unique Dichroic Spectral Combiner technology

Come lavora un tradizionale ICP-OES Dual View ?



5100 SVDV lettura in assiale (DV)

- Lettura solo delle lunghezze d'onda assiali

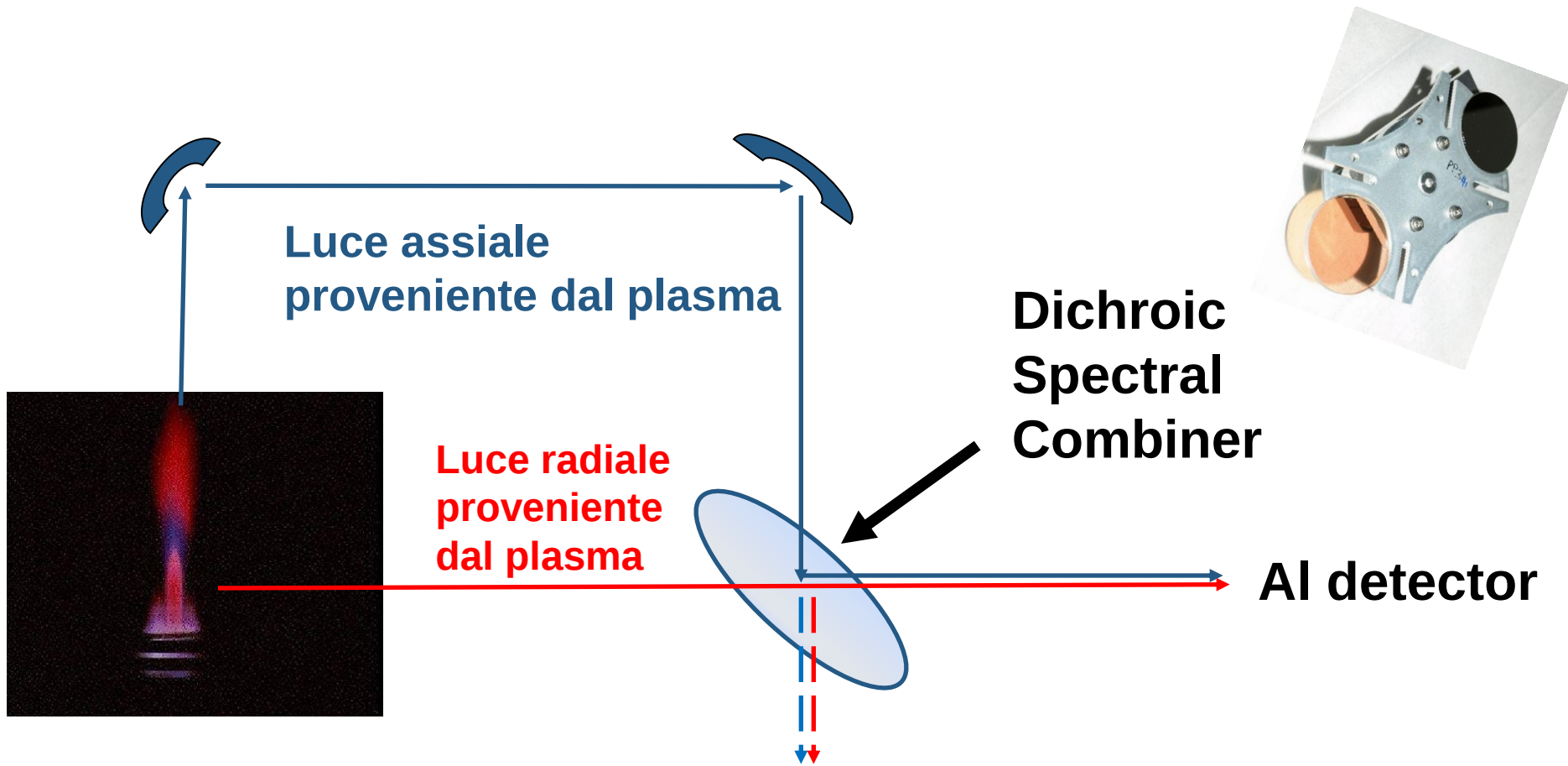


5100 SVDV lettura in radiale (DV)

- Il foro permette di mandare solo lunghezze d'onda radiali al policromatore

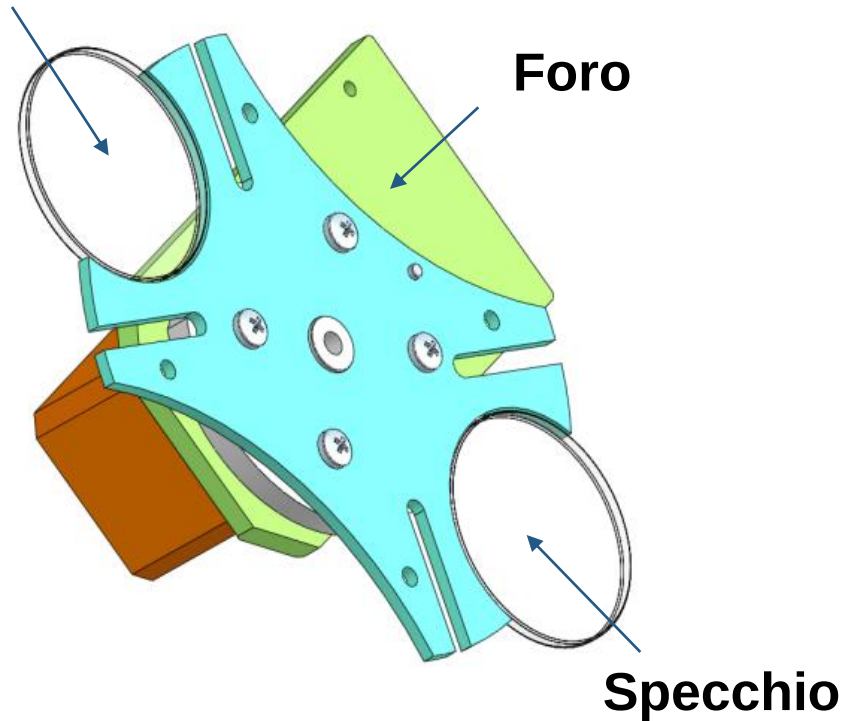


Synchronous Vertical Dual View & Dichroic Spectral Combiner technology (DSC)



Novità: SVDV con tecnologia unica DSC

Dichroic

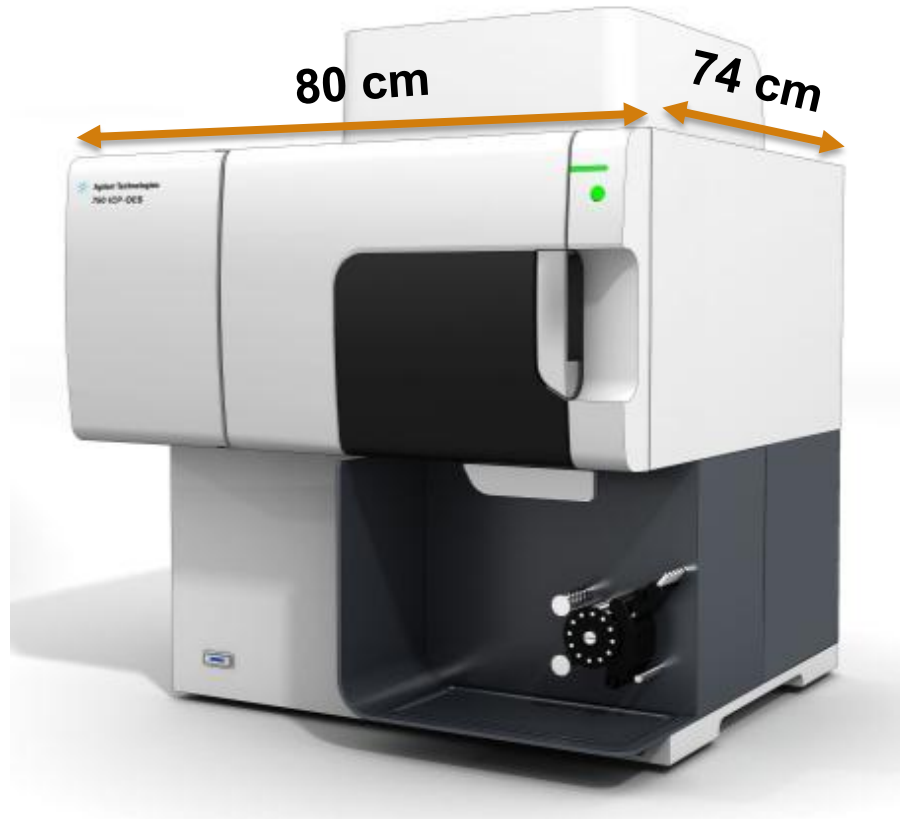


NOTE:

1. SVDV viene assemblato con lo specchio dichroico e lo specchio
2. VDV viene assemblato senza lo specchio dichroico (2 specchi solo per bilanciamento)
3. RV non presenta questo componente

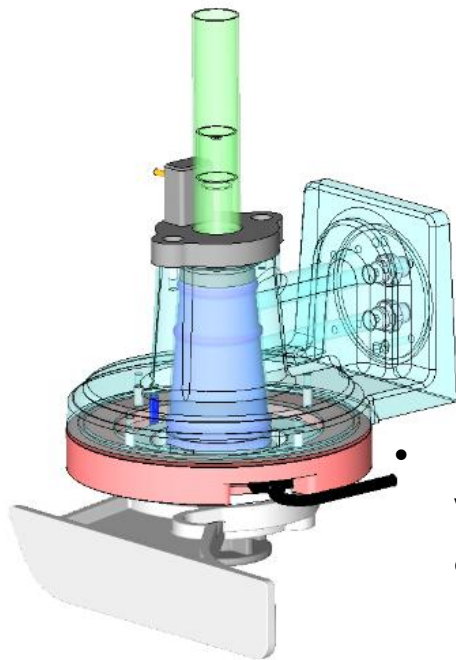
Design compatto

Small footprint

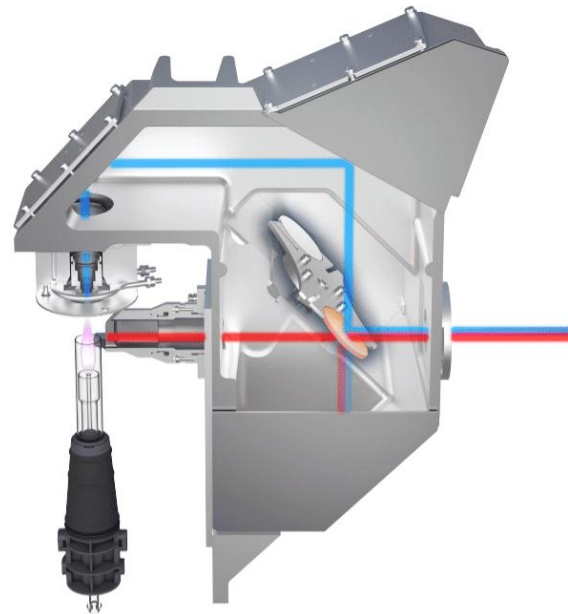


Cosa di nuovo: posizionamento della torcia e pre-ottica.....

- **Ottimo allineamento della torcia**
 - **VANTAGGIO:** nessuna fase di allineamento della torcia.
- **Movimento automatico rotante del DSC**
 - **VANTAGGIO:** Facile sviluppo del metodo con il sistema SVDV



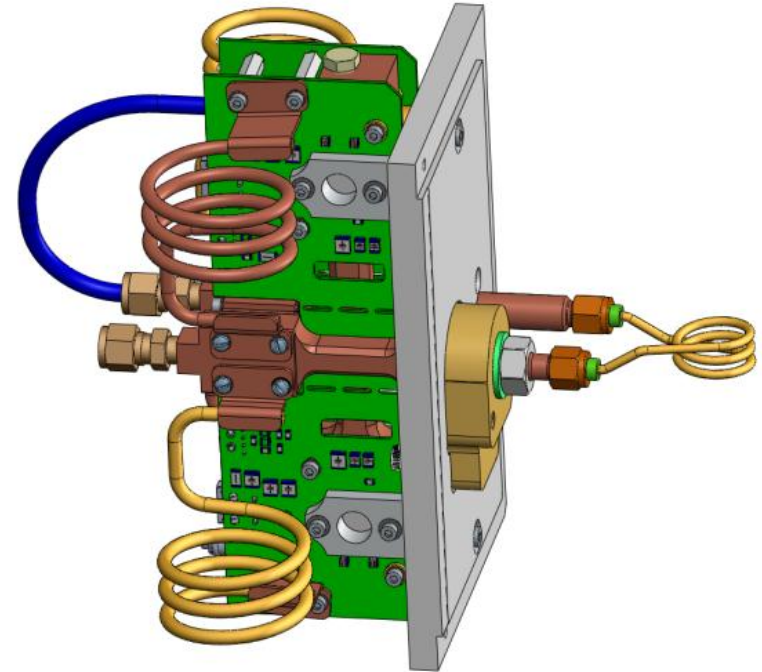
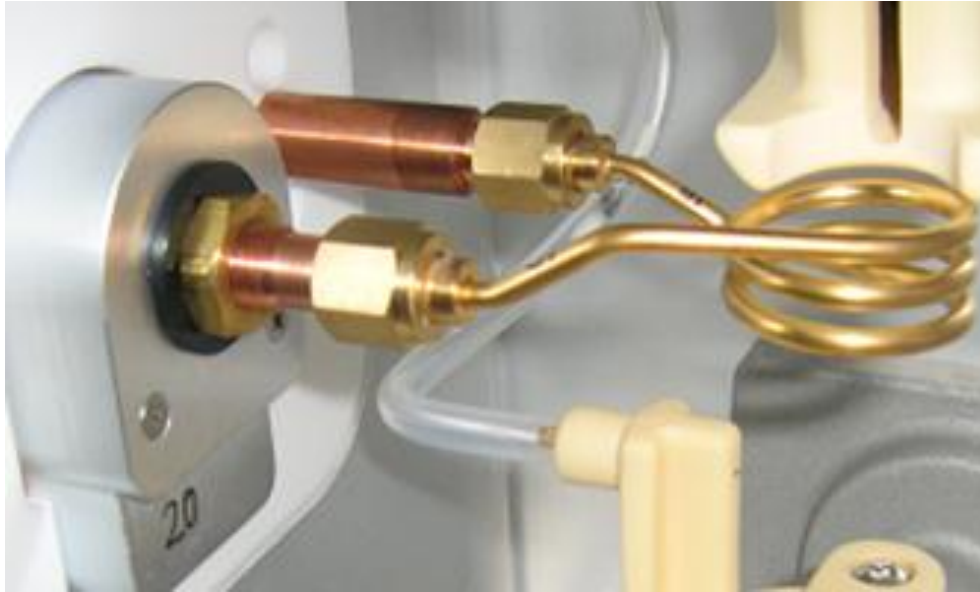
- **Le linee di gas vengono collegate automaticamente**



Posizionamento veloce della torcia non necessita di allineamento



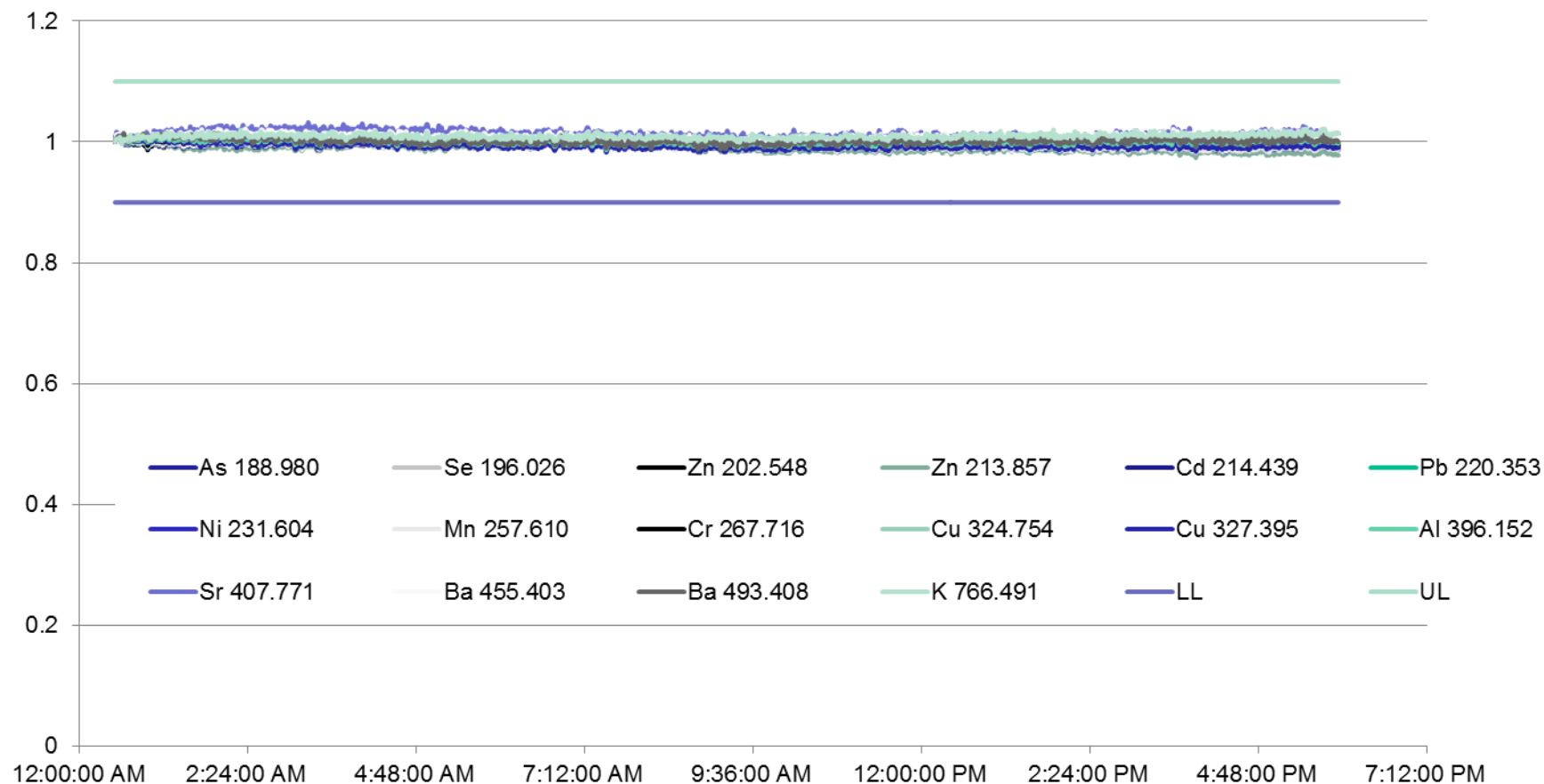
Generatore di Radio Frequenza



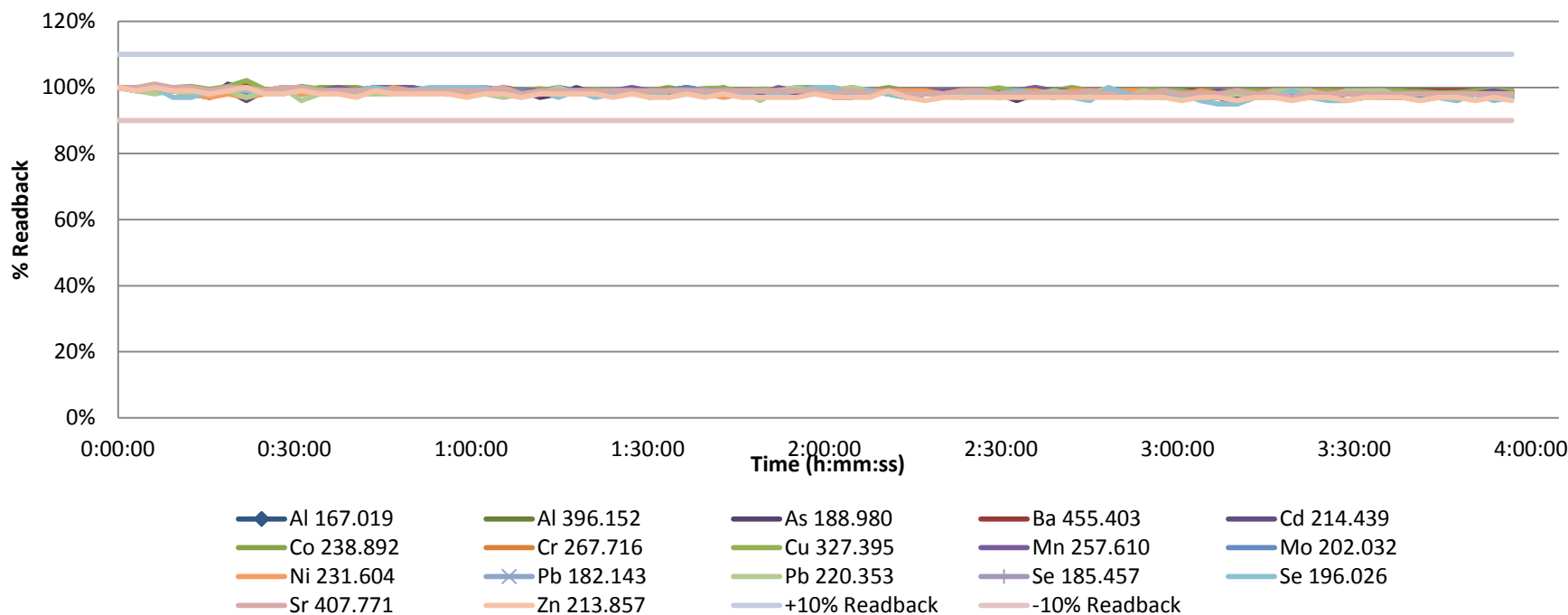
- Spire rivestite in oro
- Torcia loader che impedisce ai clienti di danneggiare le bobine durante il carico
- Nuovo sistema di generazione delle radiofrequenze

Stabilità a lungo termine

19 ore <1%RSD.

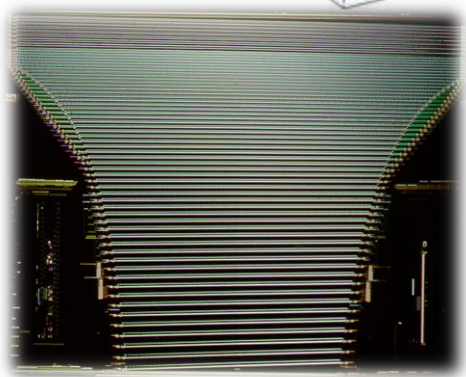
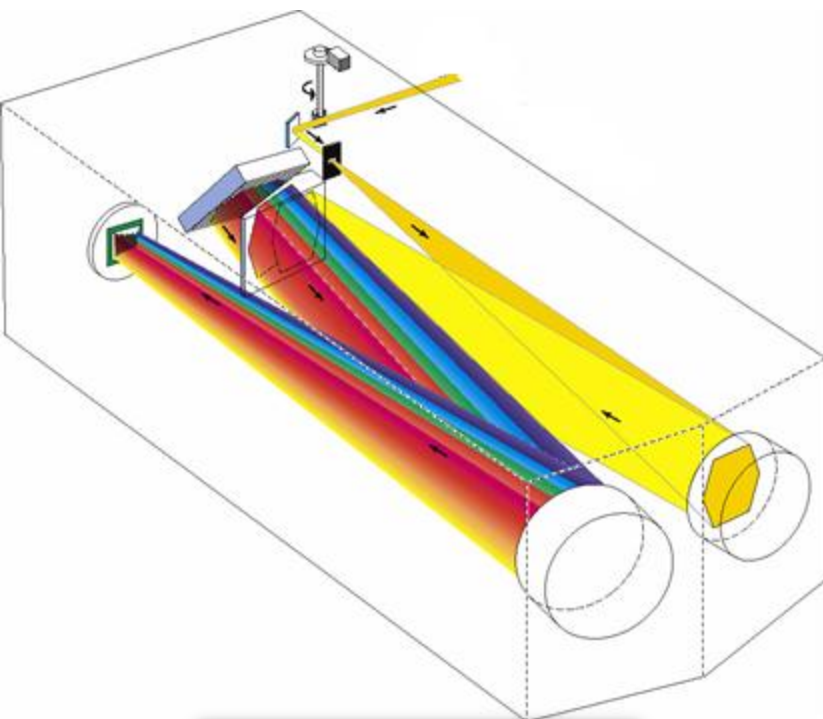


4 ore NaCl 25% con standard 1ppm <1.3% RSD in configurazione assiale



OneNeb, Double pass glass cyclonic, Blk/Blk & Blu/Blu, AHA, demountable torch
1.8mm injector, 15rpm. (Also tried on 2.4mm injector with same results)

Agilent 5100 ICP-OES



➤ Ottica termostata a 35° C per massima stabilità e veloce start-up

➤ Tutte le lunghezze d'onda analizzate in una sola lettura

➤ Pochi componenti ottici

- Alta produttività
- Eccellente rapporto segnale/rumore

➤ Rivelatore raffreddato a -40°C per un basso noise

➤ Reale lettura simultanea di tutti gli analiti compreso lo standard interno

Thank You

