

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Vorbereitung des Labors auf das Arbeiten mit dem PlasmaQuant MS ICP-MS Massenspektrometer

Einführung

Einer der Gründe für die Anschaffung eines Massenspektrometers mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) besteht in seiner überlegenen Empfindlichkeit verglichen mit anderen Verfahren wie der Optischen Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) oder der Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAA). Die besten Nachweisgrenzen und die niedrigsten Untergrundlevels können nur dann erzielt werden, wenn Kontamination durch Probenhandhabung und Laborumgebung auf ein Minimum reduziert wird. Zu den Verunreinigungen, die normalerweise in unserer Umgebung und an unserem Körper zu finden sind, gehören Na, Mg, Al, Fe, Ca und K Verbindungen, die unter anderem häufig in Baumaterialien vorkommen. Probenvorbereitungsmaterialien sind ebenfalls eine potentielle Ursache für Kontaminationsprobleme. Mit höheren Kontaminationsgraden gehen in der ICP-MS auch steigende Untergrundzählraten einher, woraus sich eine Beeinträchtigung der Nachweisgrenzen ergeben kann.

Materialien und Reagenzien

Das vorliegende Dokument befasst sich schwerpunktmäßig mit der Frage, wie Umwelteinflüsse bei Probenhandhabung und -vorbereitung minimiert werden können. Beispielhaft werden einige Reagenzien und Ausrüstungen genannt, die für die Analyse mit ICP-MS geeignet sind. Die aufgeführten Produkte haben sich über eine Reihe von Jahren hinweg als äußerst rein und extrem zuverlässig erwiesen. Die Informationen in diesem Dokument sollen dazu beitragen, die Auswahl von Produkten für die Analyse mit ICP-MS, insbesondere in der frühen Phase der Vorbereitung des Labors oder der Umstellung von der Analyse mit ICP-OES oder GFA A auf eine sicherere Grundlage zu stellen.

HINWEIS: Analytik Jena erhält von keinem der aufgeführten Anbieter eine Unterstützung oder Vergütung in irgendeiner Form. Die Nennung von Anbietern, Markennamen oder handelsüblichen Produkten stellt keine Unterstützung oder Empfehlung für bestimmte Anbieter oder Artikel dar. Hersteller-Informationen werden lediglich als Anhaltspunkte zum Nutzen der Anwender gegeben.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Saubere Umgebung und Handhabung für ICP-MS

Laminarströmungsabzug: Ein umschlossener Vorbereitungsbereich mit einem Abzug ist sehr wichtig für eine saubere Probenvorbereitung. Er trägt dazu bei, Kontamination aus der Laborumgebung zu minimieren. Optimal wäre ein Abzug mit Laminarströmung, der sowohl mit einem Primärluftfilter (muss regelmäßig, alle 2-3 Monate, erneuert werden), als auch mit einem Schwebstofffilter ausgestattet ist. Dies minimiert die Partikel, die bei der Vorbereitung in die Probengefäße gelangen. Nach Möglichkeit sollten auch Reagenzien (wie zum Beispiel Säuren) und Kalibrierlösungen sowie auch Pipettiersysteme (Pipetten und Spitzen) und Probenbehälter (Reagenzgläser, Messbecher usw.) in diesem Bereich aufbewahrt werden. Der Abzug sollte sich in einem Bereich befinden, der von Feinstaub, wie er bei anderen Arten der Probenvorbereitung entsteht, isoliert ist.

Es ist wichtig, dass sich keine anderen Ausrüstungen, wie zum Beispiel Heizplatten, Mikrowellenaufschlussgeräte, Ultraschallbäder und ähnliche Gerätschaften innerhalb des Laminarströmungsabzugs befinden, denn durch sie wird der Bereich kontaminiert.

Reinstwasser: Ein Wasseraufbereitungssystem, das deionisiertes Wasser mit einer Güte von 18,2 M (der höchstmöglichen Reinheit) liefert, ist unerlässlich. Ohne Reinstwasser für Verdünnungen und für die Probenvorbereitung sind die Hintergrundwerte erhöht und die Nachweisgrenzen beeinträchtigt.

Hochreine Säuren: Für die Herstellung von Kalibrierlösungen und zum Verdünnen von Proben dürfen ausschließlich Säuren der bestmöglichen Güteklassen verwendet werden, wie zum Beispiel „optima“ oder „doppelt destilliert“. Salpetersäure ist vorzuziehen.

Reine Lösungen: Durch den Kauf qualitativ hochwertiger Kalibrier-Stammlösungen stellen Sie Reinheit und Konsistenz sicher. Zum Lieferumfang einer Stammlösung von guter Qualität gehört ein Zertifikat mit der Angabe der Spurenmetall-Konzentrationen. Es wird empfohlen, Kalibrier-Stammlösungen nach dem Ablaufdatum nicht mehr zu verwenden.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Reingase: Reingase sind wichtig für das PlasmaQuant MS ICP-MS.

Die folgenden Grenzwerte gelten für die Argongasversorgung:

- Mindestreinheit des Argons 99,996 %
- Maximaler Sauerstoffgehalt 5 ppm
- Maximaler Stickstoffgehalt 20 ppm
- Maximaler Wassergehalt 4 ppm
- Maximaler Wasserstoffgehalt 1 ppm

Die folgenden Grenzwerte gelten für die Stickstoff- und Sauerstoffversorgung für die Nitrox-Option:

- Mindestreinheit des Stickstoffs 99,996 %
- Mindestreinheit des Sauerstoffs 99,996 %
- Maximaler Wassergehalt 4 ppm

Die folgenden Grenzwerte gelten für die Gase für die integriert Kollisions-/Reaktionszelle (iCRC):

- Mindestreinheit des Wasserstoffs 99,996 %
- Mindestreinheit des Heliums 99,996 %

Wasserstoff kann als Druckgas in Gasflaschen bezogen oder alternativ mit einem Wasserstoffgenerator erzeugt werden. Der Wasserstoffgenerator ist zwar weniger kostengünstig, wird aber als die sicherere Option im Vergleich zu Wasserstoff-Druckgasbehältern angesehen.

Saubere Werkzeuge: Es wird empfohlen, einen Satz Pipetten eigens für die ICP-MS vorzuhalten, wobei ein Set aus je einer Pipette mit 10 ml, 1 ml und 100 µl eine gute Arbeitsgrundlage bietet. Dadurch können Kontaminationsquellen verringert werden. Weiterhin sind saubere Pipettenspitzen sowie kleine Einweg-Becher aus Kunststoff (z.B. Polystyrol), in welche die Lösungen vor dem pipettieren gegeben werden, zu empfehlen. Auf diese Weise werden die Pipetten nicht direkt in die Flaschen eingeführt, wodurch Querkontamination vermieden wird. Die Pipettenspitzen sollten ebenfalls ausschließlich für ICP-MS vorgesehen sein und mit den Pipetten im Laminarströmungsabzug aufbewahrt werden. Farbige Pipettenspitzen als auch Aufbewahrungsbehälterdeckel sind nach Möglichkeit zu vermeiden.

Saubere Hände: Sämtliche Probenvorbereitungen für ICP-MS müssen mit puderfreien Handschuhen aus Vinyl oder Latex durchgeführt werden. Die Probenzuführungs-Komponenten des Instruments (also Fackel, Hüllgasrohr, Sprühkammer und Zerstäuber) sowie die Sampler- und Skimmer-Konen sind ebenfalls mit Handschuhen zu handhaben.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Saubere Deckenfliesen: Es ist möglich, nicht-poröse Deckenfliesen zu erwerben, die speziell zur Verwendung in Reinraumlaborbereichen vorgesehen sind. Gewöhnliche Deckenfliesen erzeugen Kontaminationen in erheblichem Ausmaß, die in Lösungen und auf Probenvorbereitungsbereiche rieseln können.

Probenvorbereitungsmaterialien

Zusätzlich zu den oben aufgeführten Artikeln, die Ihnen helfen, eine saubere Umgebung zu schaffen, gibt es verschiedene Verbrauchsmaterialien, die für die Vorbereitung der Proben für ICP-MS benötigt werden.

Schlauchpumpenschläuche: Es werden Schlauchpumpenschläuche in zwei Größen benötigt: für Zerstäuber/Probenansaugung und für den Sprühkammerablauf. Die Ablaufschläuche haben einen größeren Durchmesser als die Probenansaugschläuche. Damit wird sichergestellt, dass während des Betriebs in der Sprühkammer keine Probenansammlung erfolgen kann. Zu beachten ist, dass es sich bei einigen Anwendungen im Ultraspurenbereich empfiehlt, mit einem selbstansaugenden Zerstäuber-System zu arbeiten, um potenzielle Kontaminierung durch die Pumpenschläuche zu vermeiden.

Reservesatz von Probenzuführungs-Glasgerätschaften: Ein Auswechselsatz von Sprühkammer, Zerstäuber und Hüllgasrohr erlaubt dem ICP-MS Bediener, einen Satz von Glasgerätschaften zu reinigen, während der andere verwendet wird. Einen Ersatz zur Hand zu haben, ist auch nützlich, falls eines der Teile defekt ist. Wenn eine inerte Probenzuführung verwendet wird, ist es ratsam, ein zweites System zu haben, das gereinigt werden kann, während das erste in Gebrauch ist.

Probengefäße: Um die Querkontamination von Proben zu vermeiden, sollten Stammreagenzien in Probengefäße gefüllt werden; Gefäße mit einem Fassungsvermögen von 5 ml, 15 ml und 50 ml sind sehr nützlich.

Pipettenspitzen: Wie zuvor erwähnt, ist es erforderlich, saubere/farblose Pipettenspitzen zu kaufen, die ausschließlich zur Verwendung für ICP-MS verwendet werden. Spurenmetallfreie Spitzen sind in Größen von 100 µl und 1000 µl erhältlich. Es ist auch ratsam, eine kleine Flasche mit verdünnter hochreiner Salpetersäure im Probenvorbereitungsbereich bereitzuhalten, um jede Spitze vor Gebrauch damit zu spülen.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Ballonflaschen für Säuren: Nalgene, zum Beispiel, produziert eine 5-Liter-Ballonflasche mit einem Kunststoff-Zapfhahn unten am Gefäß zum Aufbewahren und Abgeben von Säuren. Zwei Ballonflaschen sind zu empfehlen. Die erste ist für die Aufbewahrung von 10 %-iger Salpetersäure (d.h., 10 % konzentrierte Salpetersäure, 90 % 18,2 MΩ DI Wasser nach Volumenanteilen) zum Einweichen von Messkolben vorzusehen. Die zweite muss für die Aufbewahrung ultra-reiner 1 %-iger Salpetersäure (1 % konzentrierte Salpetersäure, 99 % 18,2 MΩ DI Wasser nach Volumenanteilen) für Verdünnungen und zum Aufbereiten von Kalibrierlösungen vorgesehen sein. Die Verdünnungslösung muss täglich frisch zubereitet werden, um Auslaugen und Kontaminierung im Laufe der Zeit zu vermeiden. Damit die Sauberkeit erhalten bleibt, dürfen diese Behälter während ihrer gesamten Nutzungsdauer nichts anderes als diese Säuren enthalten. Um jegliche Kontaminierung zu eliminieren, müssen beide vor dem ersten Gebrauch eine Woche lang mit den jeweiligen Reagenzien eingeweicht werden.

Messkolben: Es ist besser, Kunststoffkolben zu verwenden, weil diese viel sauberer sind als Glas. Wichtiger noch: Im Unterschied zu Glaskolben werden aus Kunststoff nicht im Laufe der Zeit Elemente ausgewaschen. Nalgene stellt Messkolben aus PMP (Polymethylpenten) her. Für Halbleiteranwendungen und andere Anwendungen im Ultraspurenbereich sollten Kolben aus PFA („Perfluoralkoxy“, also Tetrafluorethylen-Perfluorpropylvinylether-Copolymer) verwendet werden. Die Kolben sollten in verschiedenen Größen angeschafft werden. Sinnvoll sind: 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml und 1000 ml sowohl für PMP- als auch für PFA-Kolben. Kolben beider Typen müssen vor der Verwendung eingeweicht und gespült werden. Die Kolbenoberflächen sind ständig angefeuchtet und angesäuert zu halten, so dass Verunreinigungen mobilisiert werden und anschließend ausgespült werden können. Diese Kolben werden zur Zubereitung von Kalibrierlösungen für alle Elemente mit Ausnahme von Quecksilber verwendet. Quecksilber hat die Tendenz, an Kunststoff anzuhaften. Deshalb sind Quecksilber-Kalibrierlösungen in Messkolben aus Glas anzusetzen, die ausschließlich für diesen Zweck verwendet werden.

Probengläser: Es ist erforderlich, Reagenzgläser und/oder Autosampler-Röhrchen für die Probenvorbereitung zur Hand zu haben. Diese Gefäße müssen in verdünnter Salpetersäure gespült und eingeweicht werden, bis sie zur Verwendung bereit sind. Vermeiden Sie nach Möglichkeit Gefäße mit farbigem Deckel.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Anbieterinformationen und Teilenummern

Laminarströmabzüge:

Pure Aire Corporation, www.pureaire.com

Labconco Corporation, www.labconco.com

Bigneat Ltd, www.bigneat.com

Wasserstoffgenerator:

Parker Hannifin Corporation, www.parker.com

F-DGSi, www.f-dgs.com

Anlagen zur Aufbereitung von deionisiertem Wasser:

Merck Millipore Corporation, www.merckmillipore.com

Elga LabWater, www.elgalabwater.com

Barnstead International, www.barnstead.com

Säuren:

Sigma Aldrich, www.sigmaaldrich.com

GFS Chemicals, www.gfschemicals.com

VWR International, www.vwr.com

Ein-Element-Stammlösungen:

Sigma Aldrich, www.sigmaaldrich.com

VHG Labs, www.vhglabs.com

Spex Certiprep, www.spexcsp.com

Inorganic Ventures, www.ivstandards.com

Ricca Chemical Company, www.riccachemical.com

Stammlösungen sollten in kleinen Mengen erworben werden, um mögliche Kontaminierung der Flasche während der Nutzungsdauer der Stammlösung zu reduzieren. Mengen von jeweils 100 ml dürften für die meisten Laboratorien ausreichend sein.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Zertifizierte Referenzmaterialien:

Es ist sehr wichtig, zertifizierte Referenzmaterialien (Certified Reference Materials, CRM) für die Überprüfung der Kalibrierung zu beschaffen.

Das National Institute of Standards and Technology (NIST) bietet eine Anzahl unterschiedlicher CRM-Typen für konventionelle ICP-MS Analyse und Laserablations-ICP-MS-Analyse an.

www.NIST.gov

Für viele ICP-MS-Anwendungen stellen zertifizierte Referenzwässer wie zum Beispiel NIST 1643 oder NIST 1640 nützliche CRMs dar, weil sie eine Vielzahl von Elementen in einer Reihe von Konzentrationen enthalten. Typischerweise enthalten sie Ca, Na und Mg im Bereich mg/l bis sub-mg/l, mit Spurenelementen im unteren µg/l Bereich. Der United States Geological Survey (USGS) ist ebenfalls eine Quelle von Laserablations-Referenzmaterialien für viele Anwendungen.

www.usgs.gov

Weitere Bezugsquellen für Referenzmaterialien:

LGC Standards, www.lgcstandards.com

Institut für Referenzmaterialien und Messungen, www.ec.europa.eu/jrc/institutes/irimm

Pipetten und Pipettenzubehör:

Eppendorf und Rainin sind ausgezeichnete Quellen für digitale Pipetten.

www.eppendorf.com

www.mt.com

Aufgrund ihrer Präzision und des geringen Wartungsbedarfs sind digitale Pipetten für ICP-MS sehr zu empfehlen. Vorgeschlagen werden 10 ml, 1000 µl und 100 µl.

Die Spitzen für die Pipetten können von Eppendorf, Sigma Aldrich, Rainin oder VWR International bezogen werden.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Schlauchpumpenschläuche:

Reserveschläuche für Schlauchpumpen können über Analytik Jena oder Ihren örtlichen Analytik Jena Distributor bezogen werden.

- Schlauchpumpenschläuche grau/grau ID 0.051 Zoll (1,3 mm),
- Schlauchpumpenschläuche weiß/weiß ID 0.04 Zoll (1,0 mm)
- Schlauchpumpenschläuche blau/blau ID 0.065 Zoll (1,7 mm) Standardablauf,
- Schlauchpumpenschläuche, schwarz/schwarz ID 0.03 Zoll (0,8 mm)

Ballonflaschen zum Zapfen von Säuren:

Nalgene stellt Ballonflaschen aus HDPE (High Density Polyethylen) mit einem Zapfhahn aus Kunststoff her. Diese Ballonflaschen eignen sich ausgezeichnet zum Abfüllen von Säuren in Messkolben. Es empfiehlt sich, zwei Ballonflaschen zu erwerben: eine für die 10%-ige Salpetersäure zum Einweichen von Kolben und Probengefäßen und eine für die 1%-ige Salpetersäure für Proben-/Kalibrierungsverdünnungen.

Messkolben:

Verschiedene Hersteller haben Messkolben aus PMP und PFA in diversen Größen im Programm.

Handschuhe:

Verwenden Sie ausschließlich puderfreie Handschuhe. Der Puder in manchen Handschuhen kontaminiert alles, was mit ihnen berührt wird.

Reservesatz von Probenzuführungs-Glasgerätschaften:

Reserve-Probenzuführungs-Glasgerätschaften können über Analytik Jena oder Ihren örtlichen Analytik Jena Distributor bezogen werden.

Probengefäße:

Um Kontaminierung zu vermeiden, werden kleine Mengen von Kalibrierlösungen oder Proben in Becher abgefüllt, sodass sie an anderer Stelle abgegeben werden können. Es empfiehlt sich, solche Gefäße in einer Reihe von Größen, entsprechend den erforderlichen Proben-/Standard-Volumina, anzuschaffen. Die Größen 5 ml, 15 ml und 50 ml sind nützlich.

Reagenzgläser:

Es werden farblose Polypropylen-Röhrchen für Reagenzglasgestelle empfohlen. Farbige Stopfen und farbige Kunststoffe sind allgemein zu vermeiden, da erhebliche Kontaminierungen von ihnen ausgehen können.

Tech Note

PlasmaQuant MS-Serie: Laborvorbereitung

Fazit

Um die besten Ergebnisse mit PlasmaQuant MS ICP-MS zu erzielen, müssen Sie unbedingt die Hinweise in diesem Dokument beachten. Das höchste Signal und die niedrigsten Untergrund-Zählraten – und somit die besten Nachweisgrenzen – können Sie nur dann erzielen, wenn Kontaminierungen auf ein Minimum reduziert werden.

Weitere Informationen

Informationen über weitere Updates, Anwendungen und andere Literatur finden Sie auf der Analytik Jena Website unter www.analytik-jena.de.

Referenz: TechNote_ICP_MS_LabPrep_PQMS_en.docx

Dieses Dokument beschreibt den Status des Produktes zum Zeitpunkt der Veröffentlichung und muss nicht zwingend mit zukünftigen Versionen übereinstimmen. Technische Änderungen, Druckfehler und Irrtümer vorbehalten.

Ausdruck und Weiterverwendung mit Quellenangabe gestattet. © Analytik Jena GmbH