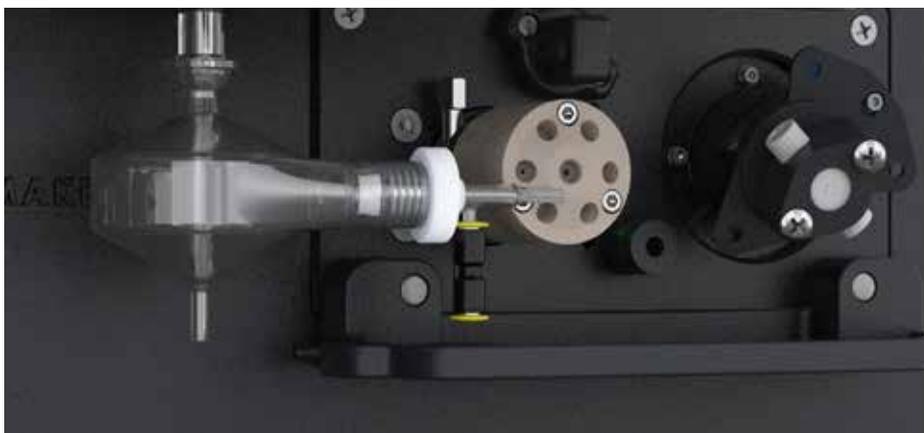


Снижение расходов и повышение производительности при использовании 6- или 7-портового клапана-переключателя усовершенствованной системы быстрого переключения потоков (AVS)



Переключитесь на повышенную производительность

6- и 7-портовые клапаны-переключатели усовершенствованной системы быстрого переключения потоков (AVS) компании Agilent позволяют удвоить производительность и более чем наполовину сократить расход аргона.

AVS 6/7 – это дополнительный модуль для ИСП-ОЭС Agilent 5900 и Agilent 5800, а также Agilent 5100/5110. В его состав входит уникальный двухпозиционный 6- или 7-портовый клапан-переключатель (седьмой порт предназначен для внутреннего стандарта) и высокоскоростной нагнетающий поршневой насос, который позволяет быстро заполнить петлю ввода пробы. Управляемый ввод пузырьков аргона позволяет сократить задержку ввода и сокращает продолжительность промывки практически до нуля, тем самым значительно повышая производительность прибора.

Модуль Agilent AVS 6 и 7 обеспечивает следующее:

- **Быстрые и точные результаты.** AVS 6/7 промывает систему ввода пробы непосредственно во время анализа, тем самым сокращая обычную для традиционных ИСП-ОЭС задержку ввода практически до нуля. Управляемое разделение пробы и промывочного раствора пузырьками аргона предотвращает их смешивание и снижает время подачи пробы и промывки системы.
- **Сокращение стоимости эксплуатации.** Сокращение времени анализа означает снижение расхода аргона для анализа одной пробы не менее чем на 50%. Повышенная эффективность анализа сокращает воздействие агрессивных веществ и сложных проб на горелки, распылители и трубки насосов, тем самым увеличивая их срок службы и еще более снижая стоимость эксплуатации.
- **Простота использования.** Модуль AVS 6/7 полностью встроен в основной модуль ИСП-ОЭС и легко управляется из программы ICP Expert с помощью дополнительного программного модуля Pro Pack. Это гарантирует соблюдение моментов переключения, в отличие от переключающих модулей других производителей, управляемых с помощью отдельных сложных программ.
- **Легкость доступа.** Оптимальное расположение модуля AVS не мешает снимать обычные компоненты системы ввода проб, такие как горелка, распылительная камера и трубки насоса, для чистки и замены.
- **Снижение эффекта памяти.** Пузырьки аргона между пробой и промывочным раствором снижают эффект памяти, наблюдаемый в распылительной камере ИСП-ОЭС. А использование аргона вместо воздуха означает повышенную стабильность плазмы и пониженный разброс результатов анализа.
- **Пониженный разброс и повышенная стабильность.** Отсутствие переключения перистальтического насоса в режим быстрой прокачки между пробами, которое нарушает стабильность плазмы, понижает разброс результатов анализа и повышает долговременную стабильность.
- **Повышенная производительность.** Совместно с автосамплером – системой пробоподготовки Agilent SPS 4 – модуль AVS 6/7 может вдвое увеличить производительность прибора.
- **Универсальность.** Модули AVS 6 и 7 совместимы с широким диапазоном высокопроизводительных автосамплеров, которые вмещают более 700 проб, что достаточно для автономной работы прибора в течение всей ночи.
- **Надежность.** Модули AVS 6 и 7 идеально подходят для анализа проб со сложными матрицами. Не содержащий металла тракт подачи пробы постоянного диаметра подходит для проб, содержащих сильные кислоты, фтористоводородную кислоту, органические растворители и даже высокие концентрации растворенных веществ.

Принцип работы

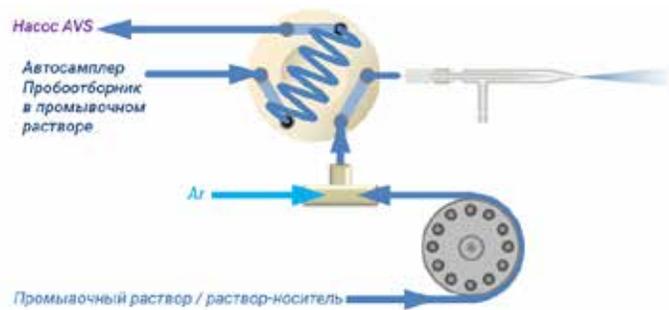


Рис. 1а. Режим ожидания.

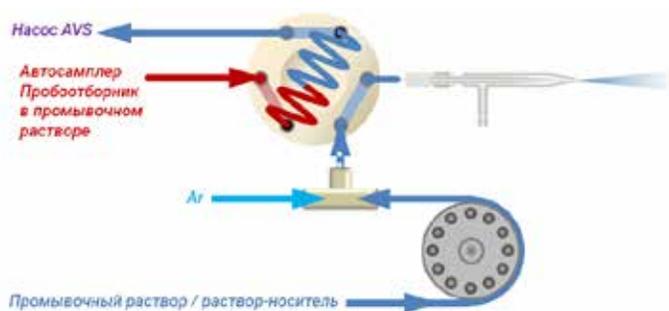


Рис. 1b. Загрузка пробы, около 5 с.

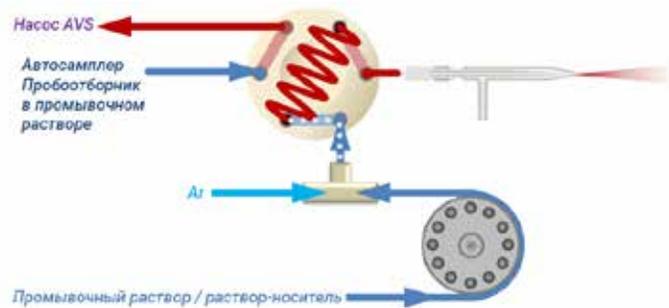


Рис. 1с. Стабилизация (около 3 с) и ввод пузырьков.

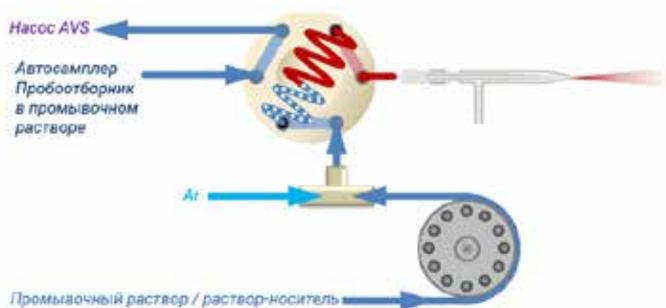


Рис. 1d. Анализ пробы.

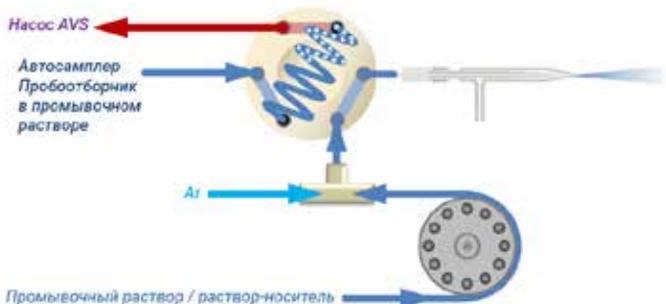


Рис. 1е. Возврат в режим ожидания.

Ввод пузырьков

Модули AVS 6 и 7 вводят пузырьки аргона между пробой и промывочным раствором, предотвращая этим их смешивание (см. рис. 1а–е). Пузырьки разделяют эти два раствора и предотвращают их смешивание и разбавление пробы в петле. Это позволяет повысить доступное для анализа пробы время.

Для петли объемом 1 мл разделение пробы и промывочного раствора пузырьками позволяет увеличить продолжительность стабильного сигнала с 20 до 47 с. На рис. 3 показан эффект от введения пузырьков на примере петли ввода пробы объемом 0,5 мл. Введение пузырьков позволяет максимально увеличить доступное для анализа время и точность измерения для петли ввода пробы данного объема. Это позволяет для увеличения производительности использовать петлю меньшего объема, что дополнительно снижает задержку ввода и продолжительность промывки.

В отличие от большинства доступных на рынке систем, которые используют пузырьки воздуха, модули AVS 6 и 7 вводят для разделения сегментов аргон, так как он не дестабилизирует плазму, как это делает воздух. Это позволяет снизить разброс результатов анализа (см. табл. 1).

Таблица 1. Разброс результатов для трех пятисекундных повторных анализов раствора 5 ppm марганца с использованием модуля AVS 6.

Разброс результатов анализа	
5 ppm Mn с вводом Ar	СКО 0,5%
5 ppm Mn с вводом воздуха	СКО 1,0%

Производительность анализа

Таблица 2. Сравнение производительности при определении металлов в отработанном смазочном масле с модулем и без модуля AVS 6.

	С модулем AVS 6	Без модуля AVS 6
Продолжительность анализа одной пробы	22 с	52 с
Полный расход аргона на анализ одной пробы	7 л	17,4 л

Модуль AVS 6/7 увеличивает производительность, снижая и даже полностью устраняя задержку и время промывки, используемые в нормальном анализе ИСП-ОЭС. В табл. 2 сравниваются средняя продолжительность анализа и расход аргона на анализ одной пробы смазочного масла с модулем AVS и без него (1). В масле определялось содержание 22 элементов. С использованием модуля AVS 6 полная продолжительность анализа составила 22 с, а расход аргона на анализ одной пробы – 7 л. Без модуля AVS 6 они составили, соответственно, 52 с и 17,4 л. Разница в производительности и расходе аргона отражает уменьшение задержки ввода и продолжительности промывки за счет использования модуля AVS 6.

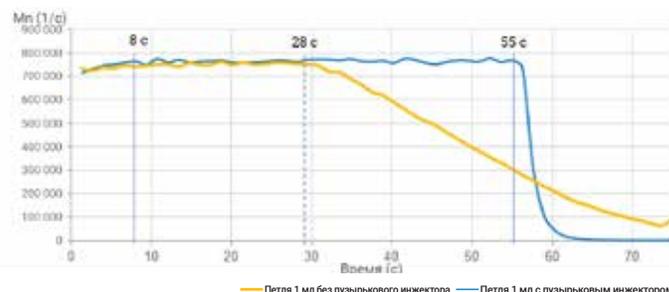


Рис. 2. Доступное для анализа время с петлей ввода пробы объемом 1 мл с пузырьковым инжектором и без него.

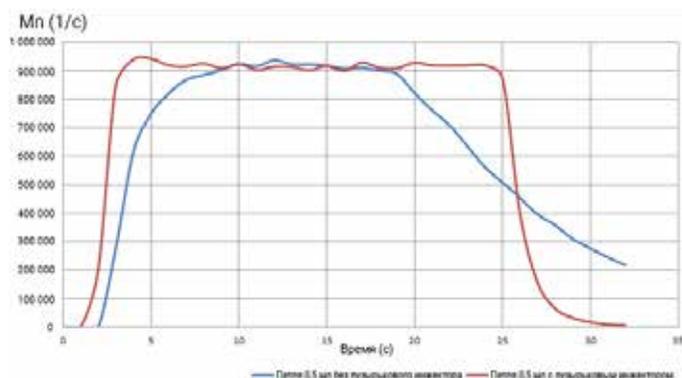


Рис. 3. Доступное для анализа время с петлей ввода пробы объемом 0,5 мл. На рисунке отчетливо видна разница между 19 с стабильного сигнала при использовании пузырькового инжектора и 9 с без него.

Оптимизация аналитической производительности

AVS Accessory

Pump rate - Uptake (mL/min)	35.0	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Pump rate - Inject (mL/min)	9.0		
Valve uptake delay (s)	6.0		
Bubble injection time (s)	2.0		
Preemptive rinse time (s)	2.0		
Rinse time (s):	0	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> Fast Pump
Enable Intelligent Rinse	<input type="checkbox"/>		

Рис. 4. Простой интерфейс программы, управляющей модулем AVS 6/7.

Простая управляющая программа, полностью встраиваемая в пакет ICP Expert, позволяет не искать компромиссов между скоростью и точностью анализа (см. рис. 4). Программа включает в себя калькулятор параметров AVS, который помогает в настройке и разработке методов. Основные параметры, которые предлагает программа для оптимизации производительности:

- Скорость прокачки — подача: расход в мл/мин, как правило, задается равным 35 мл/мин.
- Задержка ввода клапана: время в секундах, типичное значение от 5 до 6 с.
- Время на стабилизацию: около 3 с для стандартного распылителя и капилляра.

Пример использования для анализа

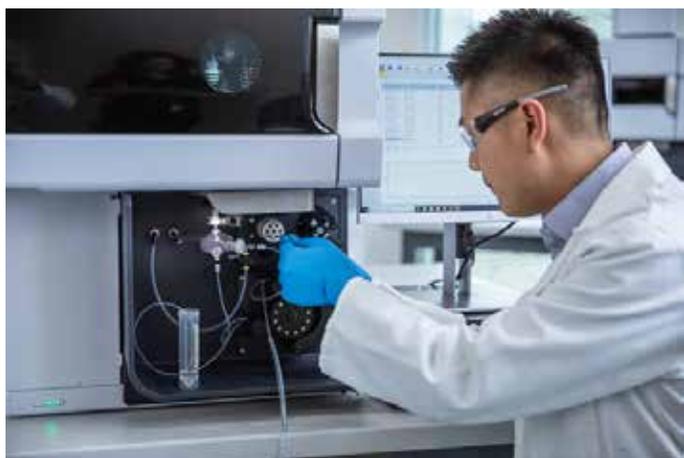


Рис. 5. Дополнительный модуль AVS 7, встроенный в систему ввода проб ИСП-ОЭС Agilent 5900.

Для эксперимента, предназначенного для демонстрации возможностей модуля AVS 6/7, использовалась следующая конфигурация: автосамплер Agilent SPS 4, оснащенный пробоотборником с внутренним диаметром 1 мм, и стандартный концентрический стеклянный распылитель SeaSpray со стандартным длинным капилляром длиной 50 мм, подключенным к клапану. Все трубки имели внутренний диаметр 1 мм. Использовались трубки для перистальтического насоса с двумя белыми стопорами. Скорость перистальтического насоса была постоянной, 12 об/мин. Все фитинги клапана были инертными, предназначенными для снижения эффекта памяти. Отчетливая маркировка на фитингах и портах клапана упрощает установку и обслуживание (см. рис. 6).



Рис. 6. Отчетливая маркировка портов клапана AVS.

В описанной конфигурации задержка для стабилизации, т. е. время, нужное пробе для того, чтобы от выходного порта клапана-переключателя попасть в плазму, как правило, равна 3 с независимо от объема петли. Задержка для стабилизации увеличивается с увеличением длины капилляра между выходным портом клапана и распылителем, с уменьшением скорости перистальтического насоса и с уменьшением диаметра трубки перистальтического насоса.

Рис. 7 ниже демонстрирует влияние различных задержек ввода на разброс результатов анализа раствора с 5 ppm марганца с петлей ввода пробы объемом 0,5 мл.

Задержка ввода должна быть достаточной для того, чтобы проба из пробирки автосамплера через пробоотборник и передаточные трубки успела полностью заполнить петлю ввода пробы.

На протяжении этой фазы насос модуля AVS 6/7 работает на высокой скорости, как правило, не менее 35 мл/мин. На задержку ввода влияет объем трубок между пробиркой с пробой и входным портом клапана. Этот объем можно минимизировать, сделав передаточную трубку между автосамплером и входным портом клапана настолько короткой, насколько это практически возможно. Постоянный внутренний диаметр передаточной трубки от пробирки с пробой до входного порта клапана, равный 1 мм, обеспечивает минимальное перемешивание пробы на протяжении тракта подачи.

Рис. 7 демонстрирует, что для петли ввода пробы объемом 0,5 мл при определении 5 ppm марганца задержка ввода более 4 с обеспечивает типичный кратковременный разброс значений не хуже СКО 0,5%.

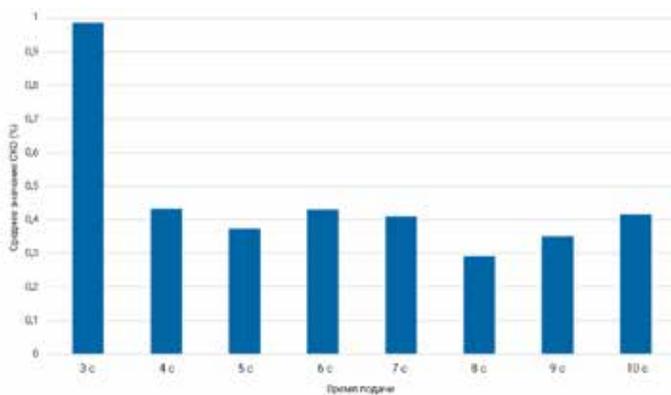


Рис. 7. Разброс (СКО %) результатов определения 5 ppm марганца с использованием петли объемом 0,5 мл при различных задержках ввода пробы.

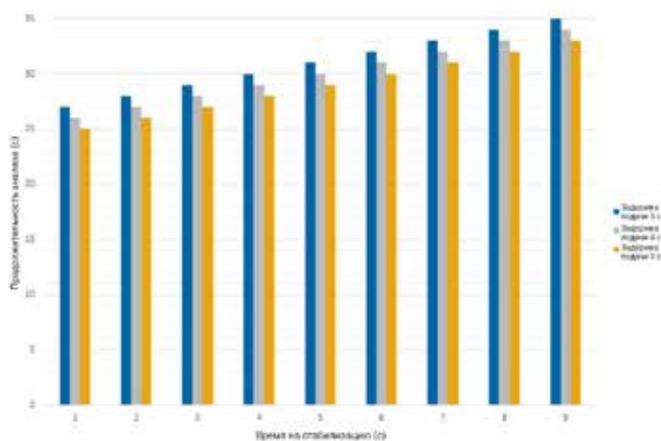


Рис. 8. Полная продолжительность анализа в секундах при различных комбинациях задержки ввода и задержки для стабилизации.

На рис. 8 приведена полная продолжительность анализа при использовании модуля AVS 6 с петлей ввода пробы объемом 0,5 мл при различной задержке ввода (3, 4 и 5 с) и различной задержке для стабилизации для трех пятисекундных повторений. Оптимальные результаты для петли объемом 0,5 мл достигаются при задержке ввода 4–5 с и задержке для стабилизации 3 с, что при определении 5 ppm марганца дает полную продолжительность анализа 28–29 с и разброс результатов анализа менее СКО 0,5%. Как и следовало ожидать, продолжительность анализа одной пробы линейно растет с увеличением задержки для стабилизации.

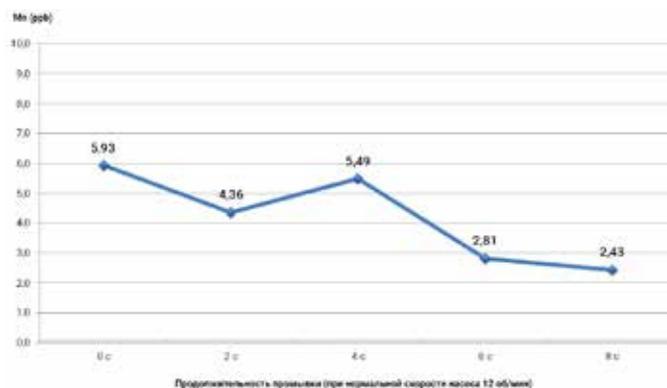


Рис. 9. Эффективность вымывания марганца (в ppb) для холостой пробы, следующей после раствора 50 000 ppm марганца.

Эффективность промывки модуля AVS изучалась путем анализа холостой пробы после анализа раствора марганца с концентрацией 50 000 ppm. Даже без дополнительной промывки в методе концентрация марганца уменьшалась на четыре порядка: с 50 000 до 6 ppm. Настройка в методе анализа дополнительной промывки позволила только незначительно уменьшить концентрацию марганца по сравнению с промывкой продолжительностью 0 с (см. рис. 9). Результаты этого эксперимента демонстрируют великолепные параметры промывки модуля AVS 6, которые обеспечивают снижение концентрации в растворе на четыре порядка.

Литература

1. Improved productivity for the determination of metals in oil samples using the Agilent 5110 Radial View (RV) ICP-OES with Advanced Valve System. Публикация Agilent № 5991-6849EN.

www.agilent.com/chem

Информация может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2019
Напечатано в США 15 ноября 2019 г.
5991-6863RU

