

# ICP-OES Agilent 5800 e 5900

# Guida per l'utilizzatore



### Avvisi

#### Codice del manuale

G8020-94002 Edizione 1, ottobre 2019

#### Copyright

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in alcun formato o con alcun mezzo (inclusa l'archiviazione e la scansione elettroniche o la traduzione in una lingua straniera) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo le disposizioni di legge sul diritto d'autore degli Stati Uniti, internazionali e locali applicabili.

Stampato in Malesia

Agilent Technologies, Australia (M) Pty Ltd 679 Springvale Road Mulgrave, Victoria, 3170 Australia

www.agilent.com

#### Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono for-nite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. Agilent non rilascia alcuna altra garanzia, esplicita o implicita, comprese le garanzie implicite di commerciabilità ed idoneità ad uno uso speci-fico, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute. Salvo il caso di dolo o colpa grave, Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indi-retti relativi alla fornitura o all'uso di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto tra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento in conflitto con le condizioni qui riportate prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

#### Licenze tecnologia

I componenti hardware e o software descritti in questo documento vengono forniti con licenza e possono essere utilizzati o copiati solo in conformità ai termini di tale licenza.

#### Legenda della limitazione dei diritti

Limitazione dei diritti del governo USA. I diritti relativi a software e dati tecnici concessi al governo federale includono esclusivamente i diritti comunemente forniti ai clienti finali. Agilent fornisce questa licenza commerciale consueta su software e dati tecnici ai sensi di FAR 12.211 (Dati tecnici) e 12.212 (Software per computer) e, per il Dipartimento della Difesa, DFARS 252.227-7015 (Dati tecnici - articoli commerciali) e DFARS 227.7202-3 (Diritti su software per computer commerciali o documentazione per software per computer).

#### Indicazioni di sicurezza

#### **AVVERTENZA**

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'**AVVERTENZA**, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

#### ATTENZIONE

L'indicazione ATTENZIONE segnala un rischio serio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'indicazione ATTENZIONE, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

1	Prassi di sicurezza e pericoli	7
	Considerazioni generali	7
	Verifica dello stato di sicurezza	8
	Plasma	8
	Calore, vapori e fumi	9
	Pericoli da gas compressi	10
	Pericoli di natura elettrica	11
	Altre precauzioni	11
	Simboli di avvertenza	13
2	Introduzione	15
	Requisiti per la preparazione del sito	15
	Documentazione per l'utilizzatore	15
	Convenzioni	16
	Note e suggerimenti	16
	Alimentazione dell'argon per sistemi ICP-OES	16
	Sistema di scarico	17
	Alimentazione dell'aria di raffreddamento per lo strumento ICP-OES	17
	Sistema di refrigerazione dell'acqua	18
	Vessel di drenaggio	19
3	Installazione	21
	Overview sullo strumento ICP-OES Agilent	22
	Codici colore del LED di stato dello strumento	24
	Pulsante anteriore di accensione/spegnimento	25
	Software ICP Expert	25
	Collegamento del software ICP Expert al sistema ICP-OES	26

Esecuzione di una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda	27
Salvataggio e visualizzazione dei dati di calibrazione	28
Sostituzione dei componenti hardware	28
Torce ICP-OES	29
Montaggio e smontaggio della torcia	30
Montaggio della torcia semi-smontabile	32
Montaggio della torcia completamente smontabile	35
Smontaggio della torcia	35
Accessori	39
SPS 4	39
Sistema avanzato a valvola (AVS) - AVS 4, AVS 6 e AVS 7	40
Adattatore del condotto di ingresso esterno	40
Accessorio per la generazione di vapore (VGA)	41
Sistema multimodale di introduzione del campione (MSIS)	41
Umidificatore argon	41
Camera di nebulizzazione a temperatura programmabile IsoMist	41
Funzionamento	43
Lista di controllo per l'analisi	43
Accensione dello strumento e avvio del software	44
Prima accensione dello strumento (o accensione dopo un periodo di spegnimento prolungato)	44
Messa in funzione dello strumento dallo standby	45
Preparazione dell'analisi	46
Esecuzione di una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda	46
Creazione/apertura di un foglio di lavoro	47
Creazione di un New Worksheet	47
Apertura di un foglio di lavoro esistente	47

4

	Creazione di un new worksheet da un modello	47
	Sviluppo di un metodo	48
	Analisi dei campioni	50
	Stampa di un report	50
	Spegnimento dello strumento	51
	Modalità standby dello strumento con flusso di argon	51
	Modalità standby dello strumento senza flusso di argon	52
	Impostazione dello strumento in modalità standby con o senza flusso di argon	52
	Spegnimento dello strumento per un periodo prolungato	54
5	Manutenzione e risoluzione di problemi	57
	Manutenzione di routine	58
	Pulizia	60
	Pulizia della torcia	61
	Importante	62
	Procedura di pulizia della torcia tramite immersione in acido per campioni acquosi o a base acida (torce monopezzo e semi-smontabili)	62
	Risciacquo della torcia	66
	Asciugatura della torcia	68
	Controlli supplementari al termine della pulizia	70
	Risoluzione dei problemi	71
	Parti di ricambio	71
	Assistenza tecnica	72

Pagina lasciata intenzionalmente vuota.

### 1 Prassi di sicurezza e pericoli

Considerazioni generali	7
Verifica dello stato di sicurezza	8
Plasma	8
Calore, vapori e fumi	9
Pericoli da gas compressi	10
Pericoli di natura elettrica	11
Altre precauzioni	11
Simboli di avvertenza	13

### Considerazioni generali

Se non diversamente specificato, le istruzioni di questo manuale sono valide per entrambi gli strumenti ICP-OES Agilent 5800 e 5900.

Il funzionamento di uno strumento ICP-OES Agilent prevede l'uso di gas compressi, energia a radiofrequenza ad alta tensione e materiali pericolosi, inclusi fluidi corrosivi e liquidi infiammabili. L'uso disattento, improprio o da parte di personale non qualificato di questo spettrometro o delle sostanze chimiche impiegate con lo stesso può provocare il decesso o gravi lesioni personali e/o gravi danni patrimoniali e alle apparecchiature. Questo strumento deve essere utilizzato esclusivamente da personale addestrato.

Lo spettrometro è munito di dispositivi di blocco e coperchi progettati per evitare il contatto accidentale con potenziali pericoli. Se lo strumento è utilizzato in modo non conforme a quanto specificato da Agilent, la protezione fornita potrebbe risultare compromessa. È buona norma sviluppare prassi di lavoro che garantiscano la sicurezza indipendentemente dal corretto funzionamento dei dispositivi di blocco. È fondamentale che nessun dispositivo di blocco o coperchio sia by-passato, danneggiato o rimosso.

Le prassi di sicurezza descritte di seguito mirano ad aiutare l'utilizzatore all'uso in sicurezza dello strumento. Leggere attentamente ogni sezione relativa alla sicurezza prima di tentare di utilizzare lo spettrometro e utilizzare sempre lo spettrometro nel rispetto di queste prassi di sicurezza.

### Verifica dello stato di sicurezza

Le seguenti precauzioni generali di sicurezza devono essere osservate durante tutte le fasi di utilizzo e manutenzione dello strumento, oltre che degli interventi di assistenza sullo stesso.

Per garantire che la sicurezza dello strumento non sia stata compromessa in seguito a interventi di manutenzione o assistenza, verificare che lo strumento sia stato riportato in una condizione sicura per l'utilizzatore. Ciò include l'esecuzione di controlli delle prestazioni per verificare che i sistemi di sicurezza degli strumenti funzionino correttamente. Controllare le condizioni generali dello strumento durante il funzionamento per individuare l'eventuale presenza di usura o segni di corrosione che potrebbero impedirne il corretto funzionamento o la sicurezza.

Il mancato rispetto di tali precauzioni, o di avvertenze specifiche riportate altrove nel presente manuale, viola gli standard di sicurezza relativi a progettazione, produzione e uso previsto dello strumento. Agilent Technologies non si assume nessuna responsabilità per la mancata osservanza di questi requisiti da parte del cliente.

### Plasma

Il plasma è estremamente caldo (circa 10.000 °C) e irradia livelli pericolosi di energia a radiofrequenza (RF) e ultravioletta (UV). La bobina di induzione funziona a 1.500 V RMS e a circa 27 MHz. L'esposizione all'energia a RF e UV può provocare gravi lesioni cutanee e cataratta degli occhi, mentre la prossimità con il plasma in uso può causare gravi ustioni alla pelle oltre a una scarica elettrica che può propagarsi per ampie distanze e potrebbe provocare il decesso, scosse elettriche gravi o ustioni sottocutanee.

Non eseguire mai operazioni con il plasma a meno che:

- lo sportello del vano plasma sia chiuso, con la maniglia dello sportello completamente chiusa; e
- lo spazio sopra il camino e la presa d'aria siano sgombri da oggetti.

La schermatura del vano torcia è progettata per ridurre le radiazioni UV, visibili e RF a livelli non pericolosi, permettendo al contempo di accedere facilmente alla torcia, oltre che di installarla e osservarla. Lo spettrometro è provvisto di un sistema di dispositivi di blocco progettato per lo spegnimento del plasma in caso di interruzione dell'alimentazione di rete, di apertura della maniglia del vano torcia o di apertura della maniglia della zona di alloggiamento della torcia. Non tentare di bypassare il sistema dei dispositivi di blocco.

Prima di aprire lo sportello del vano torcia, spegnere *sempre* il plasma premendo la combinazione di tasti Maiusc + F5 sulla tastiera oppure facendo clic sull'icona "Plasma Off" (Plasma spento) sulla barra degli strumenti del software ICP Expert.

La torcia e gli elementi circostanti rimangono caldi per un massimo di cinque minuti dopo lo spegnimento del plasma. Per evitare ustioni, non toccare quest'area prima che si sia raffreddata a sufficienza. Attendere il raffreddamento della torcia e del relativo vano prima di eseguire interventi in quest'area oppure indossare guanti termoresistenti.

Il sistema al plasma è stato progettato attentamente per funzionare in maniera sicura ed efficace se utilizzato con torce e relativi componenti conformi ai criteri di progettazione Agilent. L'uso di componenti non approvati nel vano plasma potrebbe compromettere il funzionamento del sistema e/o renderlo pericoloso. Inoltre, potrebbe invalidare la garanzia dello strumento. Utilizzare esclusivamente torce e relativi componenti forniti o autorizzati da Agilent.

### Calore, vapori e fumi

Il calore, l'ozono, i vapori e i fumi generati dal plasma possono essere pericolosi e devono essere estratti dallo strumento mediante un sistema di scarico. Assicurarsi che sia montato un sistema di scarico del tipo appropriato (come specificato nella guida alla preparazione del sito). Il sistema deve sfiatare verso l'esterno in conformità alle norme locali e mai all'interno dell'edificio. Controllare con regolarità il sistema di scarico tramite prova fumi per assicurarsi che funzioni correttamente. Il sistema di scarico deve sempre essere acceso *prima* dell'accensione del plasma.

### Pericoli da gas compressi

Tutti i gas compressi (a eccezione dell'aria) possono costituire un pericolo se fuoriescono nell'atmosfera. Anche piccole perdite nei sistemi di alimentazione dei gas possono essere pericolose. Qualsiasi perdita (a eccezione delle perdite di aria o di ossigeno) può determinare la presenza di un'atmosfera carente di ossigeno, che può provocare asfissia. L'area in cui sono conservate le bombole e l'area circostante allo strumento devono essere adeguatamente ventilate per prevenire tali accumuli di gas.

Le bombole di gas devono essere conservate e maneggiate attenendosi scrupolosamente alle norme e ai codici locali sulla sicurezza. Le bombole devono essere utilizzate e conservate solo in posizione verticale e fissate a una struttura fissa o a un supporto per bombola adeguatamente costruito. Spostare le bombole solo dopo averle fissate a un carrello adeguatamente costruito.

Utilizzare solo regolatori e connettori per tubi approvati (fare riferimento alle istruzioni del fornitore del gas). Mantenere le bombole di gas al fresco e adeguatamente etichettate. (Tutte le bombole sono dotate di un dispositivo limitatore della pressione che si rompe e svuota la bombola se la pressione interna supera il limite di sicurezza a causa di temperature eccessive.) Assicurarsi di disporre del gas corretto prima di collegarlo allo strumento.

Il gas principale utilizzato con lo spettrometro è argon, il gas conduttivo del plasma. Come gas di spurgo del policromatore è possibile utilizzare argon o azoto. Altri gas potrebbero essere necessari per opzioni e accessori futuri. Con lo spettrometro, utilizzare esclusivamente "gas di qualità adatta per gli strumenti".

Se si utilizzano gas criogenici (per esempio argon liquido), prevenire le ustioni gravi indossando indumenti e guanti di protezione adeguati.

### Pericoli di natura elettrica

Lo spettrometro e alcuni accessori contengono circuiti, dispositivi e componenti elettrici che funzionano a tensioni pericolose. Il contatto con questi circuiti, dispositivi e componenti può causare il decesso, lesioni gravi o scosse elettriche dolorose. I pannelli o i coperchi fissati da viti allo spettrometro e agli accessori possono essere aperti *esclusivamente* da tecnici addetti all'assistenza addestrati, qualificati o approvati da Agilent (se non diversamente indicato). Consultare i manuali o le etichette dei prodotti in dotazione con il personal computer (PC), il monitor, la stampante e il sistema di raffreddamento ad acqua per identificare le parti di tali sistemi alle quali l'operatore può avere accesso.

Se lo strumento ICP-OES Agilent viene collegato a una fonte di alimentazione non provvista di messa a terra, si crea un pericolo di scosse elettriche per l'operatore e lo strumento può subire danni. Analogamente, se il conduttore di protezione interno o esterno allo strumento ICP-OES Agilent viene interrotto o la messa a terra del cavo di alimentazione è compromessa, si crea un pericolo di scosse elettriche per l'operatore e lo strumento può subire danni.

### Altre precauzioni

L'uso dello spettrometro e degli accessori può prevedere l'impiego di materiali, solventi e soluzioni infiammabili, corrosivi, tossici o altrimenti pericolosi. L'uso disattento, improprio o da parte di personale non qualificato di tali materiali, solventi e soluzioni può comportare pericoli di esplosione, pericoli di ustioni chimiche, pericoli di incendio, tossicità e altri pericoli che possono causare il decesso, gravi lesioni personali o danni alle apparecchiature. Adottare tutte le necessarie precauzioni, tra cui l'utilizzo di camici da laboratorio, occhiali protettivi e altre forme adeguate di protezione individuale. I materiali di scarto devono essere smaltiti nel rispetto dei requisiti normativi locali.

Il funzionamento di uno strumento ICP-OES prevede l'analisi di soluzioni preparate in acidi o digerite con acidi o, in taluni casi, di campioni preparati in solventi organici.

In caso di incertezza riguardo a uno specifico fluido, tale fluido non deve essere utilizzato fino a quando non si sarà ricevuta conferma da parte del produttore che non presenta alcun pericolo.

La concentrazione di acidi nel campione oggetto della misura varia a seconda delle fasi di digestione e dei tipi di acido usati. Gli utilizzatori dello strumento devono essere al corrente dei pericoli associati all'uso di acidi per la preparazione del campione e adottare tutte le necessarie precauzioni, tra cui l'utilizzo di camici da laboratorio, occhiali protettivi e altre forme adeguate di protezione individuale. Gli scarti di natura acida devono essere smaltiti nel rispetto dei requisiti normativi locali.

Il tipo, la volatilità e la concentrazione dei solventi organici utilizzati nel campione oggetto della misura variano a seconda del solvente scelto e della procedura impiegata per la preparazione del campione. Gli utilizzatori dello strumento devono essere al corrente dei pericoli associati all'uso di solventi organici per la preparazione del campione e adottare tutte le necessarie precauzioni, tra cui garantire una ventilazione adeguata durante l'uso e utilizzare camici da laboratorio, occhiali protettivi e altre forme adeguate di protezione individuale. Gli scarti di natura organica devono essere smaltiti nel rispetto dei requisiti normativi locali.

Il flusso d'aria alla presa d'aria dello spettrometro e degli accessori non deve essere ostruito. Non bloccare le griglie di ventilazione sullo spettrometro e sugli accessori. Consultare i manuali in dotazione con il PC, il monitor, la stampante e il sistema di raffreddamento ad acqua per informazioni sui rispettivi requisiti specifici di ventilazione.

Prestare particolare attenzione quando si eseguono operazioni con parti in vetro o in quarzo per evitare rotture e tagli. Questo aspetto è particolarmente importante durante l'inserimento del nebulizzatore nella camera di nebulizzazione o della rimozione e sostituzione di parti di una torcia rotta.

Lo spettrometro pesa circa 90 kg. Per evitare lesioni al personale o danni patrimoniali o allo strumento, usare sempre un adeguato dispositivo di sollevamento meccanico per spostare lo strumento.

Con lo strumento, utilizzare esclusivamente parti di ricambio fornite o approvate da Agilent. Lo strumento deve essere utilizzato soltanto da operatori addestrati.

### Simboli di avvertenza

Di seguito è riportato un elenco di simboli che possono accompagnare le avvertenze nel presente manuale o sullo spettrometro. È mostrato anche il pericolo che descrivono. L'inizio del testo di avvertenza è segnalato da un'apposita icona:

#### AVVERTENZA

Un simbolo triangolare indica un'avvertenza. I significati dei simboli che possono accompagnare le avvertenze nella documentazione o sullo strumento stesso sono i seguenti:



Vetro rotto



Scosse elettriche



Pericolo di incendio



Superficie molto calda



Pericolo di natura chimica



Pericolo di freddo estremo



Molto pesante (pericolo per i piedi)



Gas nocivi



Scollegare l'alimentazione



Pericolo per gli occhi



Molto pesante (pericolo per le mani)



Radiazione RF

Il simbolo riportato di seguito può figurare sulle etichette di avvertenza affisse allo spettrometro. In presenza di questo simbolo, consultare il pertinente manuale operativo o di assistenza per conoscere la procedura corretta cui fare riferimento.



I seguenti simboli sono presenti sullo strumento a scopo informativo.



## 2 Introduzione

Requisiti per la preparazione del sito	15
Documentazione per l'utilizzatore	15
Alimentazione dell'argon per sistemi ICP-OES	16
Sistema di scarico	17
Alimentazione dell'aria di raffreddamento per lo strumento ICP-OES	17
Sistema di refrigerazione dell'acqua	18
Vessel di drenaggio	19

### Requisiti per la preparazione del sito

Prima della consegna dello strumento, è fornita la guida alla preparazione del sito per gli spettrometri ICP-OES Agilent 5800 e 5900, che descrive i requisiti ambientali e operativi del sistema ICP-OES. È necessario preparare il laboratorio osservando tali istruzioni prima di poter installare il sistema ICP-OES. Conservare la guida alla preparazione del sito per farvi riferimento per ogni esigenza futura, per esempio qualora si preveda di spostare lo strumento. In caso di smarrimento della propria copia, è possibile richiederne gratuitamente una sostitutiva all'ufficio Agilent locale.

Posizionare l'apparecchiatura in modo da poter accedere facilmente all'interruttore di spegnimento posto sul lato sinistro dello strumento.

### Documentazione per l'utilizzatore

La documentazione che segue è fornita per essere di ausilio nella configurazione e nell'utilizzo del sistema ICP-OES Agilent:

• La presente guida per l'utilizzatore, contenente prassi di sicurezza e informazioni sui pericoli, istruzioni su come reperire informazioni per l'installazione e la manutenzione dei componenti del sistema ICP-OES e una breve overview sul funzionamento.

• L'esaustivo Help and Learning Center, contenente una guida sensibile al contesto con informazioni su come impostare i metodi ed eseguire i test dello strumento, informazioni di base sull'hardware e video sulla manutenzione, istruzioni dettagliate sulle operazioni eseguite con maggior frequenza e istruzioni per l'uso degli accessori ordinati dal cliente.

#### Convenzioni

Nella documentazione si fa uso delle seguenti convenzioni:

- Le voci e le opzioni dei menu e i nomi dei campi (per esempio, fare clic su **Copy** (Copia) nel menu **Edit** (Modifica)) sono state stampate in grassetto. Il grassetto è utilizzato anche per indicare i pulsanti del software (per esempio, fare clic su **OK** (OK)).
- Il testo TUTTO IN LETTERE MAIUSCOLE indica i comandi da tastiera (per esempio, premere il tasto F2) e il testo da immettere tramite la tastiera (per esempio, digitare SETUP quando richiesto).

#### Note e suggerimenti

policromatore attivato)

Una nota fornisce indicazioni o informazioni.

Un suggerimento fornisce consigli pratici che aiutano a ottenere prestazioni ottimali dal sistema ICP-OES in uso.

### Alimentazione dell'argon per sistemi ICP-OES

Tabella 1. Velocità di flusso tipiche per gli strumenti ICP-OES Agilent

Flussi tipici	Argon (con azoto come gas di spurgo)		
Lunghezze d'onda per le misurazioni > 189 nm (boost del policromatore disattivato)	Flusso di argon 16,7 L/min Flusso di azoto 0,8 L/min		
Lunghezze d'onda per le misurazioni < 189 nm (boost del	Flusso di argon 16,7 L/min Flusso di azoto 4,4 L/min		

L'argon può essere utilizzato come gas del plasma e come gas di spurgo, il che dà come risultato una maggiore velocità di flusso totale di argon.

L'utilizzatore (o un'altra figura autorizzata) deve eseguire gli opportuni test di tenuta necessari a garantire la sicurezza dei collegamenti di gas e liquidi, che l'operatore stesso è tenuto ad assemblare secondo le istruzioni nel corso dell'installazione, del normale utilizzo o della manutenzione.

### Sistema di scarico

Le operazioni con il plasma avvengono a temperature estremamente elevate. I fumi di scarico dello strumento ICP-OES possono essere nocivi o corrosivi.

Il sistema di scarico deve essere controllato con regolarità per assicurarsi che il flusso sia adeguato. Consultare la guida alla preparazione del sito del sistema ICP-OES per conoscere i valori adeguati delle velocità di flusso.

#### AVVERTENZA Superficie molto calda



Lo sfiato esterno può raggiungere temperature elevate durante il funzionamento dello strumento ICP-OES e rimane a tali temperature per un certo periodo dopo lo spegnimento dello strumento. Attendere il raffreddamento dello sfiato esterno per almeno cinque minuti prima di tentare di rimuovere il tubo di scarico. Usare guanti termoresistenti.

# Alimentazione dell'aria di raffreddamento per lo strumento ICP-OES

Lo strumento ICP-OES richiede *aria pulita, secca, non corrosiva per il raffreddamento*. L'erogazione di aria allo strumento avviene attraverso un'apposita bocchetta di alimentazione dell'aria posizionata sul lato superiore sinistro dello strumento. La bocchetta è dotata di un filtro antipolvere per eliminare il particolato.

L'aria erogata è utilizzata per raffreddare i componenti elettronici e meccanici interni dello strumento. Molti di questi gruppi contengono parti soggette a corrosione. L'introduzione di aria di raffreddamento contaminata da livelli elevati di vapori acidi o altre sostanze corrosive può danneggiare lo strumento.

A causa della natura corrosiva di talune attività di analisi, si consiglia l'uso di un sistema esterno di alimentazione dell'aria di raffreddamento nel caso delle applicazioni che prevedono un uso elevato di materiali corrosivi. È *obbligatorio* che l'aria di raffreddamento sia erogata da un'area ad ambiente controllato che sia lontana dallo scarico dello strumento e da qualsiasi altra area in cui siano stoccati o utilizzati materiali corrosivi. Non convogliare aria caldo-umida in uno strumento situato in un ambiente di laboratorio raffreddato.

Il sistema di raffreddamento ad aria, composto da canna fumaria, ventola, condotto e cappottatura, deve fornire una pressione d'aria positiva all'ingresso dello strumento pari a 4 m<sup>3</sup>/min se si utilizza il kit adattatore del condotto di ingresso esterno. Il condotto deve essere resistente alla corrosione e ignifugo.

### Sistema di refrigerazione dell'acqua

Gli strumenti ICP-OES Agilent richiedono una fonte di acqua di raffreddamento. Fare riferimento alla guida alla preparazione del sito per informazioni sui sistemi di refrigerazione dell'acqua compatibili e alla relativa documentazione per le istruzioni di installazione e d'uso.

NOTA

Si consiglia di regolare la pressione nei casi in cui la pressione di erogazione dell'acqua di raffreddamento sia soggetta a fluttuazioni. La regolazione è necessaria se la pressione di erogazione può superare il valore massimo ammissibile pari a 400 kPa (58 psi).

Lo strumento è dotato di un sensore di flusso dell'acqua che interrompe le operazioni con il plasma, se il flusso dell'acqua di raffreddamento nello strumento scende al di sotto di 1,7 L/min. Un secondo sensore di flusso dell'acqua arresta il gruppo di raffreddamento a effetto Peltier se il flusso di acqua nello strumento scende al di sotto di 0,2 L/min.

#### ATTENZIONE

# Assicurarsi sempre che il sistema di refrigerazione dell'acqua sia in funzione prima di accendere il plasma.

### Vessel di drenaggio

Il sistema ICP-OES Agilent richiede un vessel di drenaggio per smaltire l'eccesso di liquidi dalla camera di nebulizzazione o dall'autocampionatore. In dotazione con lo spettrometro sono forniti tubi idonei all'uso con solventi inorganici. In caso di utilizzo di solventi organici, sono necessari tubi di drenaggio diversi adatti al solvente in uso.

L'utilizzatore deve predisporre un contenitore chimicamente inerte, non in vetro né a collo stretto, avente una capacità pari ad almeno 2 litri di scarti. Tale contenitore deve essere collocato sotto il vano per i campioni (o sul lato destro dello strumento), in una posizione in cui sia protetto dal banco e sia ben visibile all'operatore.

Pagina lasciata intenzionalmente vuota.

Overview sullo strumento ICP-OES Agilent	22
Codici colore del LED di stato dello strumento	24
Pulsante anteriore di accensione/spegnimento	25
Software ICP Expert	25
Collegamento del software ICP Expert al sistema ICP-OES	26
Esecuzione di una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda	27
Sostituzione dei componenti hardware	28
Montaggio e smontaggio della torcia	30
Accessori	39

Il sistema ICP-OES Agilent deve essere installato da un tecnico qualificato, addestrato o autorizzato da Agilent.

Il cliente è tenuto a compilare e inviare ad Agilent il modulo incluso nella guida alla preparazione del sito, dichiarando di aver predisposto il laboratorio in conformità ai requisiti citati nella suddetta guida. Un rappresentante Agilent si metterà quindi in contatto con il cliente per fissare una data appropriata per l'installazione.

La guida alla preparazione del sito illustra anche come disimballare lo strumento e come procedere qualora abbia subito danni durante il trasporto.

### **Overview sullo strumento ICP-OES Agilent**



#### Figura 1. Vista frontale e laterale dello strumento ICP-OES

1. Scarico	8. Maniglia della zona di alloggiamento della torcia	15. Maniglia del vano torcia
2. Filtro di ingresso dell'aria	9. Camera di nebulizzazione	16. Gruppo di ingresso dell'acqua
3. Cono pre-ottica e finestra di visione assiale (non mostrata)	10. Nebulizzatore	17. Filtro di spurgo dei componenti ottici per argon o azoto
4. Ugello e finestra di visione radiale (non mostrata)	11. Pompa peristaltica	18. Gruppo di alimentazione dei gas
5. Bobina di induzione	12. Interruttore di alimentazione di rete e collegamento del cavo	19. Posizione dell'accessorio opzionale valvola di commutazione AVS 4, AVS 6 o AVS 7
6. Torcia	13. Pulsante di accensione sul pannello anteriore	20. Drenaggio per il surplus di liquido
7. Collegamenti del nebulizzatore e del gas di make-up	14. Indicatore LED dello stato dello strumento	

Tutti gli allacciamenti delle utenze dello strumento ICP-OES sono effettuati sul lato destro dello stesso, con l'eccezione dell'alimentazione di rete che si trova sul lato sinistro dello strumento. Rimuovere manualmente il coperchio sul lato destro per accedere ai collegamenti Ethernet, degli accessori, dell'acqua e dei gas. Il pulsante di accensione/spegnimento si trova in basso a sinistra sul lato anteriore dello strumento e l'interruttore di alimentazione di rete a sinistra sul retro dello strumento.



Figura 2. Collegamenti di ingresso e uscita sul lato dello strumento ICP-OES

	Elemento	Descrizione
1	Collegamenti degli	Collegamenti degli accessori Agilent e del cavo Ethernet
	accessori e del cavo LAN	schermato per la comunicazione tra PC e strumento
2	Ingresso dell'argon	Ingresso dell'argon, standard
3	Ingresso del gas	Ingresso del gas opzionale (miscela 80% Ar/20% O₂).
	opzionale	Ingresso del gas opzionale azoto (non mostrato)
4	Filtro di spurgo dei	Filtro dell'argon o dell'azoto
	componenti ottici	
5	Uscita dell'acqua	Collegamento al ritorno dal sistema di refrigerazione
		dell'acqua
6	Filtro dell'acqua	Filtro dell'acqua per particolato grossolano
7	Ingresso dell'acqua	Collegamento all'alimentazione dal sistema di
		refrigerazione dell'acqua

### Codici colore del LED di stato dello strumento

La spia di stato dello strumento, posta in alto a destra sul lato anteriore del sistema ICP-OES Agilent, segnala lo stato dello strumento assumendo vari colori:

- Una luce verde indica quanto segue:
  - Lo strumento e il software sono collegati e pronti a tentare una sequenza di accensione del plasma, oppure
  - Lo strumento e il software sono collegati e la sequenza di accensione del plasma è in corso, oppure
  - Lo strumento e il software sono collegati, il plasma è acceso e in funzione ed è possibile eseguire l'analisi dei campioni.
- Una luce lampeggiante gialla indica che lo strumento e il software non sono collegati (lo strumento è offline).
- Una luce gialla indica che lo strumento e il software sono collegati, ma lo strumento non è pronto a eseguire la sequenza di accensione del plasma a causa dello scatto di uno sportello o del dispositivo di blocco della maniglia della torcia, della bassa pressione del gas, del basso flusso di acqua o del basso flusso d'aria di raffreddamento. Per risolvere il problema è richiesto l'intervento dell'utilizzatore.
- Una luce pulsante arancione (in intensificazione/affievolimento ciclici) indica che è in corso l'avvio dello strumento o l'esecuzione di un aggiornamento del firmware.
- Una luce rossa indica un errore del firmware dello strumento che provoca l'arresto di un'analisi o limita il normale funzionamento dello strumento. Per risolvere il problema è richiesto l'intervento dell'utilizzatore.

### Pulsante anteriore di accensione/spegnimento

Il LED del pulsante anteriore di accensione/spegnimento indica se lo strumento è acceso o spento.

- **Spento**: lo strumento è completamente privo di alimentazione quando anche l'interruttore di alimentazione di rete sul lato sinistro dello strumento è spento.
- Verde, lampeggio una volta ogni 10 secondi: la maggior parte dello strumento è priva di alimentazione, con l'eccezione del circuito di rilevamento del pulsante di accensione/spegnimento sul pannello anteriore all'interno del modulo di alimentazione di rete. Premere il pulsante di accensione/ spegnimento sul pannello anteriore per accendere completamente lo strumento.
- Verde, lampeggio lento (1 Hz). Il modulo di alimentazione di rete è in corso di inizializzazione e sta eseguendo il controllo automatico all'accensione oppure sta spegnendo lo strumento.
- Verde, lampeggio rapido (2 Hz). Il controllo automatico all'accensione per l'inizializzazione del modulo di alimentazione di rete non è riuscito; lo strumento non può essere utilizzato. L'alimentazione di rete è inadeguata oppure il modulo di alimentazione di rete interno deve essere sostituito.
- Verde fisso: lo strumento è acceso.

### Software ICP Expert

Il tecnico qualificato, addestrato o autorizzato da Agilent installerà il software ICP Expert nel corso del processo di installazione. Tuttavia, è possibile che sia l'utilizzatore a dover installare il software in un'occasione successiva, per esempio in caso di sostituzione del PC. A tale scopo sono fornite apposite istruzioni.

#### Esistono diversi scenari di installazione:

- Flat File (standalone o rete)
- Database per 21 CFR Parte 11 (standalone o rete)
- Aggiornamento di installazioni Database ICP Expert (standalone o rete)

#### L'installazione prevede quanto segue:

- Installazione del software ICP Expert
- Installazione della guida di ICP Expert
- Installazione del cavo LAN
- Impostazione dell'indirizzo IP dello strumento
- Installazione e configurazione di SDA in conformità a CFR 21 Parte 11
- Installazione e configurazione del software SCM in conformità a CFR 21 Parte 11
- Completamento di una scansione della corrente di buio e calibrazione delle lunghezze d'onda

# Per istruzioni sull'installazione del software ICP Expert, fare riferimento alla documentazione in dotazione con il software:

- ICP Expert Software Installation Instructions
- ICP Expert Software Installation Instructions for 21 CFR Part 11 Environments

Una volta installato il software opportuno, collegare il cavo Ethernet, impostare l'indirizzo IP dello strumento se necessario e, infine, eseguire la calibrazione del rivelatore e la calibrazione delle lunghezze d'onda.

### Collegamento del software ICP Expert al sistema ICP-OES

#### Per collegare il software e lo strumento:

- 1 Avviare il software ICP Expert facendo doppio clic sull'icona sul desktop.
- 2 Fare clic su **Instrument** (Strumento).
- 3 Fare clic su Connect (Connetti).
- **4** Immettere l'indirizzo IP dello strumento o selezionare uno strumento esistente.
- 5 Fare clic su Connect (Connetti).
- 6 Fare clic su **Close** (Chiudi).

### Esecuzione di una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda

#### Per eseguire una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda:

- 1 Accendere il sistema di scarico esterno.
- 2 Avviare il software ICP Expert e aprire la finestra Instrument (Strumento).
- 3 Collegare il software allo strumento, se necessario.
  - **a** Fare clic su **Instrument** (Strumento) nella barra degli strumenti del software ICP Expert.
  - **b** Fare clic su **Connect** (Connetti).
  - c Selezionare lo strumento dall'elenco e fare clic su Connect (Connetti).
- 4 Fare clic su Calibrate (Calibra) nella sezione 'Detector' (Rivelatore).

NOTA Dopo aver completato la calibrazione del rivelatore, vengono visualizzate la data e l'ora dell'ultima calibrazione a conferma che la calibrazione del rivelatore è stata completata.

- 5 Assicurarsi che siano installati un nebulizzatore concentrico in vetro standard, una camera di nebulizzazione a doppio passo e l'opportuna torcia al plasma (per la visione radiale o doppia). Usare il campionamento manuale. Si consiglia di utilizzare il tubo della pompa peristaltica bianco/bianco per la pompa e il tubo blu/blu per il drenaggio.
- 6 Accendere il plasma.
- 7 Verificare che lo spurgo Polychromator Boost (Boost del policromatore) sia attivo.
  - Nella finestra Instrument (Strumento) del software ICP Expert, fare clic sulla scheda Status (Stato) e verificare che nella sezione Polychromator (Policromatore) sia selezionato Boost (Boost).
  - b Se lo strumento è stato acceso da una condizione di inattività, è possibile eseguire immediatamente la calibrazione delle lunghezze d'onda di cui ai passaggi 7-10. Se lo strumento è stato acceso dopo essere rimasto spento per più di qualche ora, la stabilizzazione della temperatura e lo spurgo del policromatore possono richiedere varie ore.

NOTA

NOTA

- 8 Aspirare la soluzione di calibrazione delle lunghezze d'onda e selezionare quindi la scheda **Calibration** (Calibrazione).
- **9** Fare clic su **Calibrate** (Calibra) nella sezione Instrument (Strumento) per eseguire una calibrazione delle lunghezze d'onda.

Al termine, vengono visualizzate la data e l'ora dell'ultima calibrazione riuscita; viene inoltre visualizzato un contrassegno di superamento o non superamento unitamente all'errore della lunghezza d'onda, a indicare se la calibrazione dello strumento è stata completata.

#### Salvataggio e visualizzazione dei dati di calibrazione

I dati di calibrazione sono memorizzati nei registri. Per visualizzare i dati, esportare i registri.

- 1 Dalla finestra principale del software ICP Expert, fare clic su File > Logs > Export Logs. (File > Registri > Esporta registri).
- 2 Salvare il file compresso dei registri.
- **3** Aprire il file .zip per visualizzare i file dei registri.

La posizione di salvataggio predefinita è \Users\'Username'\Documents\Agilent\ICP Expert \Exported Results\ sull'unità in cui è installato il software ICP Expert.

### Sostituzione dei componenti hardware

Lo strumento ICP-OES dovrebbe essere pronto all'uso dopo essere stato installato dal tecnico qualificato dell'assistenza sul campo Agilent. Può tuttavia essere necessario impostare alcuni componenti quali la pompa peristaltica, il nebulizzatore, la torcia o la camera di nebulizzazione. Per ottenere istruzioni a tale proposito, fare riferimento alla sezione "How to" (Procedure) in Help and Learning Center del software ICP Expert.

#### **Torce ICP-OES**

Di seguito è elencata la linea di torce ICP-OES; le specifiche caratteristiche delle singole torce le rendono adatte a un'ampia gamma di applicazioni. Possono essere disponibili anche altri modelli di torce. Visitare il sito web Agilent per ulteriori informazioni.

	Torce Dual View				
Parametro	Torcia standard	Torcia semi- smontabile	Torcia semi- smontabile inerte	Torcia semi- smontabile per alto tenore di solidi	
Costruzione	Monopezzo	Due pezzi smontabili	Due pezzi smontabili	Due pezzi smontabili	
Diametro interno dell'iniettore (mm)	1,8	1,8	1,8	2,4	
Materiale dell'iniettore	Quarzo	Quarzo	Ceramica	Quarzo	
Lunghezza del tubo esterno	Medio con fenditura	Medio con fenditura	Medio con fenditura	Medio con fenditura	
Materiale del tubo esterno	Quarzo	Quarzo	Quarzo	Quarzo	
Tubo intermedio	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	
Applicazione consigliata	La maggior parte dei tipi di campione	La maggior parte dei tipi di campione	Digeriti di fluoruro di idrogeno (HF)	Campioni con alto tenore di solidi disciolti totali	

Devenentine	Torce per visione radiale			
Parametro	Torcia standard Torcia semi-smontabile		Torcia semi-smontabile inerte	
Costruzione	Monopezzo	Due pezzi smontabili	Due pezzi smontabili	
Diametro interno				
dell'iniettore (mm)	1,4	1,4	1,8	
Materiale				
dell'iniettore	Quarzo	Quarzo	Ceramica	
Lunghezza del tubo				
esterno	Corto (senza fenditura)	Corto (senza fenditura)	Corto (senza fenditura)	
Materiale del tubo				
esterno	Quarzo	Quarzo	Quarzo	
Tubo intermedio	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	
Applicazione	La maggior parte dei tipi di	La maggior parte dei tipi di	Digeriti di fluoruro di idrogeno	
consigliata	campione	campione	(HF)	

	Torce completamente smontabili				
Parametro	Standard	Inerte	Alto tenore di solidi	Composti organici semi-volatili	Composti organici volatili
Costruzione	Completamen te smontabile	Completame nte smontabile	Completamente smontabile	Completamente smontabile	Completamente smontabile
Diametro interno dell'iniettore (mm)	1,8	1,8	2,4	1,4	0,8
Materiale dell'iniettore	Quarzo	Ceramica	Quarzo	Quarzo	Quarzo
Lunghezza del tubo esterno	Medio con fenditura	Medio con fenditura	Medio con fenditura	Medio con fenditura	Corto (senza fenditura)
Materiale del tubo esterno	Quarzo	Quarzo	Quarzo	Quarzo a purezza elevata (per solventi organici)	Quarzo a purezza elevata (per solventi organici)
Tubo intermedio	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo	Tulipano al quarzo
Applicazione consigliata	La maggior parte dei tipi di campione	Digeriti di fluoruro di idrogeno (HF)	Campioni con alto tenore di solidi disciolti totali	Solventi organici semivolatili, ad es. chetoni, cherosene, Jet-A1	Solventi organici volatili, ad es. carburante

Una torcia completamente smontabile può essere adattata per una diversa applicazione sostituendo l'iniettore e/o il tubo esterno con la configurazione consigliata per lo specifico tipo di campione. Fare riferimento al sito web Agilent Technologies per informazioni su come effettuare gli ordini.

### Montaggio e smontaggio della torcia

Sia i modelli di torce semi-smontabili sia quelli completamente smontabili permettono di separare il set di tubi esterno/intermedio dalla base/dall'iniettore per facilitare gli interventi di pulizia o sostituzione. Inoltre, i modelli di torce completamente smontabili permettono di rimuovere l'iniettore dalla base per facilitare gli interventi di pulizia o sostituzione.

#### AVVERTENZA



Superficie molto calda

La torcia e il vano torcia possono raggiungere temperature estremamente elevate quando lo strumento è in funzione e rimanere a tali temperature per un certo periodo dopo lo spegnimento del plasma. Attendere il raffreddamento del vano plasma per almeno cinque minuti prima di accedervi. Attendere il raffreddamento della torcia per due minuti prima di toccare il tubo esterno o di tentare di smontare la torcia.

#### AVVERTENZA



#### Pericolo di natura chimica

L'acido nitrico, l'acido cloridrico e le soluzioni di alcali forti sono molto corrosivi e possono provocare gravi ustioni se entrano in contatto con la pelle. È essenziale indossare indumenti di protezione adeguati ogniqualvolta si maneggiano tali acidi. Se l'acido entra in contatto con la pelle, risciacquare con acqua abbondante e rivolgersi immediatamente a un medico.

#### ATTENZIONE

Per evitare di danneggiare la torcia, esercitare sempre cautela durante la manipolazione e lo stoccaggio della stessa. Per prevenire danni allo strumento, non utilizzare la torcia se è danneggiata o bagnata.



Figura 3. Torcia smontabile, in cui: 1. Torcia, 2. Guarnizione superiore e 3. Corpo della torcia

#### Montaggio della torcia semi-smontabile

#### Per montare la torcia:

1 Collocare nuovamente la guarnizione superiore sul set di tubi in quarzo, far scorrere la guarnizione pulita sul set di tubi dal fondo, assicurandosi che il lato piatto nella parte superiore della guarnizione sia rivolto verso la parte superiore del set di tubi. Vedere Figura 4.



Figura 4. Rimontaggio della guarnizione superiore sul set di tubi esterni in quarzo

2 Far scorrere la guarnizione superiore di circa 1/3 verso l'alto del set di tubi in quarzo e posizionarla in modo che il lato superiore della guarnizione sia allineato con il fondo del contrassegno di allineamento a T come mostrato in Figura 5.



Figura 5. Guarnizione superiore allineata con il contrassegno di allineamento sul tubo esterno in quarzo

**3** Inserire con cautela il set di tubi in quarzo nel corpo della torcia, evitando il contatto con l'iniettore.



Figura 6. Torcia inserita nel corpo

4 Posizionare il set di tubi in quarzo in modo che la scanalatura sul corpo della torcia sia allineata con il contrassegno di allineamento a T sul set di tubi in quarzo come mostrato in Figura 7.



Figura 7. Il contrassegno di allineamento sul set di tubi esterni in quarzo deve essere allineato con la scanalatura sul corpo della torcia

**5** Spingere il set di tubi esterni in quarzo completamente nel corpo della torcia e quindi esercitare pressione sulla guarnizione superiore per fissare in sede il set di tubi. Vedere Figura 8.



Figura 8. Assicurarsi che la guarnizione sia alloggiata correttamente esercitando pressione sui bordi superiori

#### Montaggio della torcia completamente smontabile

#### Per montare la torcia:

- 1 Svitare il dado di blocco sulla base della torcia.
- 2 Collocare nuovamente la guarnizione superiore sopra la base della torcia e assicurarsi che sia alloggiata correttamente esercitando pressione sui bordi superiori.
- 3 Inserire il set di tubi nel corpo della torcia e posizionarlo in modo che la scanalatura sul corpo della torcia sia allineata con il contrassegno di allineamento a T sul set di tubi. Spingere il set di tubi esterni completamente nel corpo della torcia. Vedere Figura 7 e Figura 8.
- 4 Inserire completamente l'iniettore attraverso la base del corpo della torcia finché la protuberanza entra in contatto con il braccio di tenuta e scatta in posizione.



**5** Sostituire il dado di blocco e serrarlo per fissare l'iniettore.

# ATTENZIONE Serrare solo a mano. Non applicare un serraggio eccessivo né usare una chiave per far leva.

#### Smontaggio della torcia

#### Per smontare una torcia semi-smontabile:

Può essere necessario un cacciavite a testa piatta per allentare l'anello di sicurezza, se non è possibile estrarre con cautela a mano la torcia dal corpo della torcia.

# ATTENZIONE Usare il cacciavite per allentare l'anello di sicurezza della torcia dal corpo della torcia solo se non si riesce ad allentarlo a mano.

1 Allentare con cautela la guarnizione superiore, staccandola con l'unghia del pollice (vedere Figura 9) o usare un cacciavite a testa piatta larga per sollevarla facendo leva. Se si utilizza un cacciavite, inserirlo nella fessura come mostrato in Figura 10, continuando a esercitare un'azione su-giù per allentare la guarnizione facendo leva. Ripetere l'azione sulla fessura opposta. La guarnizione dovrebbe staccarsi dal corpo della torcia.



Figura 9. Rimozione della guarnizione superiore da una torcia semi-smontabile staccandola con l'unghia del pollice


Figura 10. Rimozione della guarnizione superiore con l'aiuto di un cacciavite a testa piatta larga

**2** Con un movimento in linea retta, estrarre con cautela il set di tubi esterni in quarzo dal corpo della torcia. Vedere Figura 11.



Figura 11. Rimozione del set di tubi in quarzo dal corpo della torcia

**3** Per rimuovere la guarnizione superiore dal set di tubi in quarzo, far scorrere la guarnizione verso l'estremità superiore del set di tubi. Vedere Figura 12.



Figura 12. Rimozione della guarnizione superiore dal set di tubi in quarzo

#### Per smontare la torcia completamente smontabile:

1 Svitare il dado di blocco sulla base della torcia e rimuovere l'iniettore tirando con cautela il giunto sferico.



2 Rimuovere il set di tubi in quarzo dal lato superiore del corpo della torcia. Se la guarnizione superiore viene rimossa con il set di tubi esterni in quarzo, separarla dal set di tubi facendola scorrere verso l'estremità superiore del set di tubi.



Vedere pagina 61 per la procedura di pulizia della torcia.

### Accessori

I seguenti accessori possono essere disponibili per l'uso con lo strumento ICP-OES:

- Autocampionatore SPS 4
- Sistema avanzato a valvola (AVS) valvole di commutazione AVS 4, AVS 6 e AVS 7
- Adattatore del condotto di ingresso esterno
- Accessorio per la generazione di vapore (VGA)
- Sistema multimodale di introduzione del campione (MSIS)
- Umidificatore argon
- Camera di nebulizzazione a temperatura programmabile IsoMist

Per informazioni sulla sicurezza e sull'installazione, consultare la documentazione in dotazione con gli accessori o l'Help and Learning Center del software ICP Expert.

#### SPS 4

Vedere le istruzioni in dotazione con l'accessorio per informazioni sulla sicurezza e per predisporre l'autocampionatore SPS 4 per l'installazione.

Il modello SPS 4 è compatibile con un'ampia gamma di rack per campioni autoclavabili a basso costo reperibili sul mercato.

La contaminazione del campione da particolato aerodisperso viene eliminata e i fumi tossici o corrosivi vengono rimossi durante il campionamento con l'involucro ambientale opzionale.

#### Sistema avanzato a valvola (AVS) - AVS 4, AVS 6 e AVS 7

Per informazioni sulla sicurezza e per predisporre l'accessorio per l'installazione, consultare le istruzioni in dotazione con l'accessorio.

Il dispositivo integrato AVS 4 (valvola di commutazione a 4 porte) risciacqua il sistema di introduzione del campione mentre il campione successivo viene inviato allo strumento prima della misura. Non appena conclusa la misura, il campione in eccesso viene espulso dalla camera di nebulizzazione e viene introdotto il risciacquo. Ciò riduce il carryover del campione e la frequenza richiesta degli interventi di pulizia dei componenti per l'introduzione del campione.

I dispositivi integrati AVS 6 (valvola di commutazione a 6 porte) e AVS 7 (valvola di commutazione a 7 porte) incrementano il numero di campioni analizzati e riducono il tempo di risoluzione e i costi operativi. La valvola di commutazione è posizionata tra il nebulizzatore e la pompa peristaltica dello spettrometro. I campioni vengono caricati rapidamente nel loop di campionamento e sono immediatamente pronti per l'analisi con lo strumento ICP-OES, riducendo drasticamente i ritardi del prelievo di campione. Il risciacquo preventivo della linea di campionamento riduce i tempi di analisi tra campioni successivi.

I dispositivi AVS 6 e AVS 7 sono dotati di un iniettore di bolle che inietta automaticamente delle bolle dopo che il campione è stato caricato nel loop, isolando il campione dalla soluzione di risciacquo/trasporto. In questo modo si diminuisce il volume di campione necessario per la misura (abbreviando quindi il tempo di analisi) in quanto gli effetti di scodamento (o diluizione) sono ridotti al minimo.

#### Adattatore del condotto di ingresso esterno

L'adattatore del condotto di ingresso esterno fornisce un attacco per convogliare l'aria nella presa d'aria ed è destinato all'uso nei laboratori caratterizzati da condizioni ambientali più ostili.

#### Accessorio per la generazione di vapore (VGA)

Il dispositivo VGA 77P è un accessorio per la generazione di vapore a flusso continuo per strumenti di spettroscopia a emissione ottica con sorgente al plasma accoppiato induttivamente (ICP-OES) usati per la determinazione di Hg e di elementi che formano idruri a livelli di parti per miliardo (ppb). L'intero gruppo di allacciamenti è integrato in un modulo separato e può essere sostituito con facilità quando si cambiano elementi.

#### Sistema multimodale di introduzione del campione (MSIS)

Per informazioni sulla sicurezza e per predisporre il sistema MSIS per l'installazione, consultare le istruzioni in dotazione con l'accessorio e la guida del software ICP Expert.

Il sistema MSIS è utilizzato con lo strumento ICP-OES per la generazione simultanea di vapore di vari elementi che formano idruri, consentendone la determinazione con limiti di rivelabilità di parti per miliardo.

Il sistema MSIS è costituito da un nebulizzatore e da una camera di nebulizzazione ciclonica in vetro modificata dotata di due tubi conici verticali al centro. Ciò consente la miscelazione rapida e uniforme di riducente e campione nella camera con l'utilizzo di tecnologia a film sottile di idruri per formare gli idruri.

Il sistema MSIS possiede tre modalità operative: solo idruri, nebulizzazione combinata di idruri e convenzionale o solo nebulizzazione convenzionale.

#### Umidificatore argon

L'umidificatore argon viene comunemente impiegato nell'analisi di campioni acquosi ad alto tenore di solidi disciolti o ad alto tenore di sali disciolti. Quando si utilizza questo accessorio, il flusso di gas del nebulizzatore viene fatto passare attraverso l'umidificatore per incrementare il contenuto di vapore acqueo nel gas. È stato verificato che questo accorgimento è vantaggioso in quanto riduce l'accumulo di sali e altri solidi disciolti sulla punta del nebulizzatore nel sistema di introduzione del campione. Riducendo le ostruzioni, l'umidificatore argon è di ausilio nel garantire il funzionamento ininterrotto e senza necessità di manutenzione.

#### Camera di nebulizzazione a temperatura programmabile IsoMist

IsoMist sfrutta l'effetto Peltier per il raffreddamento o riscaldamento elettrici della camera di nebulizzazione.

La "temperatura impostata" viene monitorata e controllata tramite il software ICP Expert. Le prestazioni IsoMist possono essere monitorate e controllate da un PC del laboratorio tramite interfaccia USB o tecnologia wireless Bluetooth.

Pagina lasciata intenzionalmente vuota.

43
44
46
46
47
48
50
50
51

Questo capitolo fornisce una guida rapida alla configurazione dello strumento e all'analisi dei campioni.

Istruzioni dettagliate sulle operazioni più frequenti sono disponibili nella guida del software ICP Expert. Per accedere a tali informazioni:

- 1 Fare doppio clic sull'icona Help and Learning Center del software ICP Expert sul desktop.
- 2 Quando viene visualizzata la guida di ICP Expert, fare clic su **"How to"** (Procedure) per visualizzare le istruzioni dettagliate disponibili.

## Lista di controllo per l'analisi

Per effettuare misure su uno o più campioni, è necessario eseguire in sequenza i passaggi indicati di seguito. Informazioni su ogni passaggio sono disponibili in questo capitolo.

- Accendere il PC e lo strumento e avviare il software
- Collegare il software allo strumento
- Preparare l'analisi

- Eseguire una scansione della corrente di buio e una calibrazione delle lunghezze d'onda
- Creare/aprire un foglio di lavoro
- Sviluppare un metodo
- Analizzare i campioni
- Stampare un report

## Accensione dello strumento e avvio del software

Prima di avviare il sistema, leggere attentamente la sezione Prassi di sicurezza e pericoli all'inizio di questo manuale e assicurarsi che il laboratorio sia predisposto in conformità a quanto specificato nella guida alla preparazione del sito.

## Prima accensione dello strumento (o accensione dopo un periodo di spegnimento prolungato)

#### Per accendere lo strumento per la prima volta o dopo lo spegnimento:

- 1 Verificare che le linee di scarico e dell'adattatore del condotto di ingresso esterno (se utilizzato) siano fissate allo strumento ICP-OES e che il filtro dell'aria non sia ostruito.
- 2 Accendere il sistema di scarico del laboratorio.
- **3** Assicurarsi che le linee dei gas e dell'acqua siano collegate allo strumento ICP-OES.
- 4 Avviare l'alimentazione dei gas.
- 5 Accendere il sistema di refrigerazione dell'acqua.
- 6 Assicurarsi che le alimentazioni di gas e acqua siano aperte e impostate sui valori corretti di pressione e che il sistema di refrigerazione dell'acqua sia impostato sulla temperatura corretta.
- 7 Verificare che la torcia sia pulita e in buono stato e che sia installata con la maniglia completamente chiusa.
- 8 Verificare che tutti i tubi della camera di nebulizzazione, del nebulizzatore e della pompa peristaltica siano installati e collegati correttamente.
- 9 Verificare che lo sportello del vano plasma sia completamente chiuso.

- **10** Verificare che il cavo LAN Ethernet sia collegato al computer o alla rete locale.
- **11** Accendere il computer, il monitor e la stampante.
- 12 Inserire il cavo ICP-OES nella presa a muro e portare l'interruttore di alimentazione di rete, sul lato sinistro dello strumento, in posizione "On".
- 13 Premere il pulsante di accensione/spegnimento sul lato anteriore dello strumento. Il LED del pulsante di accensione/spegnimento emette una luce verde quando è acceso. A questo punto lo strumento ICP-OES si trova nello stato di standby, durante il quale esegue con continuità lo spurgo e il controllo termostatico del policromatore.
- NOTA Affinché lo strumento funzioni, devono essere accesi sia l'interruttore di alimentazione di rete sul lato sinistro dello strumento sia il pulsante di accensione sul pannello anteriore.
  - 14 Fare doppio clic sull'icona ICP Expert sul desktop per avviare il software ICP Expert. Viene visualizzata la pagina iniziale.

#### Messa in funzione dello strumento dallo standby

Nello stato di standby (entrambi gli interruttori di alimentazione sono accesi), viene regolata la temperatura del policromatore ed è presente flusso di gas di spurgo del policromatore per far sì che lo strumento sia pronto per l'analisi entro 20 minuti dall'accensione del plasma.

#### Per iniziare a usare lo strumento dallo stato di standby:

- 1 Accendere il sistema di scarico del laboratorio.
- 2 Verificare che la torcia sia pulita e in buono stato e che sia installata con la maniglia completamente chiusa.
- **3** Verificare che tutti i tubi della camera di nebulizzazione, del nebulizzatore e della pompa peristaltica siano collegati correttamente.
- 4 Verificare che lo sportello del vano torcia sia completamente chiuso.
- 5 Accendere il monitor e la stampante (se sono spenti).
- 6 Accendere il sistema di refrigerazione dell'acqua (se è spento).
- 7 Se sono installati accessori, accenderli.

## Preparazione dell'analisi

#### Per preparare l'analisi:

 Fare clic sul pulsante Plasma nel software ICP Expert. In alternativa, premere F5 o scegliere Plasma on (Plasma acceso) dalla freccia sotto il pulsante Plasma (Plasma).

# NOTA Il completamento della sequenza di accensione del plasma richiede un massimo di 60 secondi. Se l'accensione del plasma non riesce, fare riferimento alla sezione relativa alla risoluzione dei problemi in Help and Learning Center per ulteriori informazioni.

## NOTA Per ottenere prestazioni e stabilità ottimali si consigliano 20 minuti di riscaldamento dello strumento ICP-OES dopo l'accensione del plasma.

In caso di utilizzo di lunghezze d'onda inferiori a 189 nm: lo spurgo del policromatore può richiedere varie ore. La stabilità termica del policromatore dopo un periodo di spegnimento prolungato può richiedere varie ore.

- 2 Assicurarsi che la pompa peristaltica sia impostata correttamente (fare riferimento alla sezione sulla pompa peristaltica in Help and Learning Center del software ICP Expert). Se non si è ancora provveduto, regolare le barre di pressione sulla pompa peristaltica per ottenere un flusso del campione e un drenaggio omogenei.
- **3** Collocare il tubo del campione dalla pompa peristaltica nella soluzione di risciacquo e il tubo di drenaggio nel vessel di drenaggio.
- 4 Fare clic sul pulsante Pump (Pompa) nel software ICP Expert e scegliere Normal (Normale) (15 rpm) dalla freccia sotto il pulsante Pump (Pompa). La pompa viene inizializzata e inizia l'aspirazione della soluzione.

## Esecuzione di una calibrazione del rivelatore e delle lunghezze d'onda

Vedere pagina 27 per ottenere istruzioni.

## Creazione/apertura di un foglio di lavoro

#### Creazione di un New Worksheet

Per creare un new worksheet, fare clic su **New** (Nuovo screening quantitativo o IntelliQuant) dalla pagina iniziale o dal menu File (File).

Quando si crea un new worksheet da un modello viene visualizzato un elenco di file usati di recente; in alternativa, è possibile fare clic su Browse (Sfoglia) per accedere ad altri file. In questo caso si apre la finestra di dialogo New From Template (Nuovo da modello).

#### Apertura di un foglio di lavoro esistente

#### Per aprire un foglio di lavoro esistente:

- 1 Fare clic su Open (Apri) dalla pagina iniziale o dal menu File (File).
- 2 Viene visualizzato un elenco di file usati di recente. In alternativa, è possibile fare clic su **Browse** (Sfoglia) per accedere ad altri file. In questo caso si apre la finestra di dialogo **Open** (Apri).

#### Creazione di un new worksheet da un modello

Per creare un new worksheet da un modello fare clic su **New From** (Nuovo da) nella pagina iniziale o su **New From Template** (Nuovo da modello) nel menu File (File).

Viene visualizzato un elenco di file usati di recente; in alternativa, è possibile fare clic su **Browse** (Sfoglia) per accedere ad altri file. In questo caso si apre la finestra di dialogo New From Template (Nuovo da modello).

Viene visualizzata la finestra Worksheet (Worksheet); al suo interno è caricato il new worksheet.

## Sviluppo di un metodo

#### NOTA

Per istruzioni su come configurare e utilizzare accessori, IntelliQuant e le opzioni Extended QC, consultare Help and Learning Center del software ICP Expert.

#### Per sviluppare un metodo:

- **1** Aprire un new worksheet o aprirne uno da un modello.
- 2 Nella pagina Configuration (Configurazione), selezionare le funzioni e gli accessori da utilizzare durante l'analisi. (Alcune funzioni sono disponibili solo nella versione Pro del software ICP Expert.)
- **3** Nella pagina Elements (Elementi), selezionare uno o più elementi dalla casella a discesa Element (Elemento) oppure digitare il nome o il simbolo dell'elemento e quindi:
  - Fare clic su **Add Analyte** (Aggiungi analita) per aggiungere la lunghezza d'onda principale per l'elemento selezionato.
  - Scegliere la lunghezza d'onda che si desidera utilizzare dall'elenco delle lunghezze d'onda disponibili. Fare clic su **Add** (Aggiungi).
- NOTA In alternativa, premere Ctrl e selezionare l'elemento dalla tavola periodica per aggiungere al metodo la lunghezza d'onda principale per l'elemento selezionato.

L'elemento viene visualizzato nella tavola con la lunghezza d'onda selezionata e i settings predefiniti.

- NOTA Si consiglia di aggiungere più lunghezze d'onda per ciascun elemento. Risultati simili per ciascuna lunghezza d'onda sono indice dell'assenza di interferenze. Se i risultati differiscono, controllare IntelliQuant per individuare la lunghezza d'onda corretta da segnalare.
  - 4 Verificare che non vi siano interferenti noti o altre linee analitiche in prossimità della linea analitica selezionata. L'intensità relativa delle linee determina quanto le linee possono essere vicine tra loro. Per esempio, se la matrice contiene un elemento privo di interesse analitico, ma che è un potenziale interferente e possiede una linea vicina a una delle linee analitiche scelte, la concentrazione di tale elemento nella matrice determina se è necessario scegliere una diversa linea analitica.

- **5** Apportare le regolazioni necessarie a ogni elemento, inclusa la selezione di una diversa lunghezza d'onda, l'immissione di ulteriori informazioni nella colonna Label (Etichetta) e la selezione del tipo (scegliendo tra analita, standard interno o interferente).
- 6 Fare clic su **Conditions** (Condizioni) per modificare sia i settings comuni dell'analisi sia i settings di ciascun elemento. È possibile utilizzare fino a otto condizioni di misura diverse.
- 7 Fare clic su QC (QC) per inserire i limiti di rivelabilità del metodo, selezionare i test QC da utilizzare e le azioni da effettuare in caso di errore.
- 8 Fare clic su IEC (IEC) per inserire la concentrazione degli elementi negli standard di analiti e interferenti.
- **9** Fare clic su **Standards** (Standard) per inserire la concentrazione degli elementi negli standard e selezionare se usare altre opzioni quali Standard Additions (Aggiunte standard) o MultiCal (Multicalibrazione). Selezionare inoltre se usare il bianco nelle calibrazioni e se abilitare il reslope.
- **10** Fare clic su **Sequence** (Sequenza) per specificare il numero di campioni, inserire i test QC, selezionare il tipo di soluzione, modificare le etichette dei campioni e le operazioni da eseguire a fine analisi.
- **11** Fare clic su **FACT** (FACT) per creare manualmente modelli FACT o impostare il metodo in modo da crearli automaticamente durante l'analisi.
- 12 Se si utilizza un autocampionatore, fare clic sulla scheda Autosampler (Autocampionatore) per selezionare i rack e la profondità della sonda (se necessario). Le opzioni possono variare a seconda dell'autocampionatore selezionato.
- NOTA Consultare Help and Learning Center del software ICP Expert per una descrizione più dettagliata dell'impostazione di un metodo.

## Analisi dei campioni

#### Per analizzare i campioni:

- 1 Impostare l'autocampionatore con tutte le soluzioni, se necessario.
- 2 Fare clic sulla scheda Analysis (Analisi) e procedere come segue:
  - a Assicurarsi che i campioni siano selezionati. Ciò è indicato da un segno di spunta accanto alla colonna Rack:Tube (Rack:provetta). Per selezionare tutte le soluzioni, selezionare la casella di controllo accanto all'intestazione Rack:Tube (Rack:provetta).



**b** Fare clic sull'icona **Run** (Analisi) sulla barra degli strumenti (o premere la combinazione di tasti Maiusc + F8) per iniziare l'analisi e seguire le indicazioni visualizzate a schermo.

NOTA

Per ulteriori informazioni sull'esecuzione di un'analisi, fare riferimento a Help and Learning Center del software ICP Expert.

## Stampa di un report

#### Per stampare un report:

- 1 Fare clic su Report (Report) sulla barra degli strumenti o su File > Report (File > Report).
- **2** Scegliere se stampare il report o visualizzarne un'anteprima oppure salvarlo come file PDF.

SUGGERIMENTO La visualizzazione in anteprima del report consente di assicurarsi che siano stati inclusi tutti i dati necessari.

- 3 Selezionare un modello di report e quindi fare clic su Open (Apri).
- 4 Fare clic sul pulsante **Print** (Stampa) per generare un report come specificato. Viene visualizzato brevemente un messaggio in cui è indicato lo stato di avanzamento della generazione del report.

5 Quindi si apre la finestra di dialogo Print (Stampa). È possibile selezionare la stampa dell'intero report o di un intervallo di pagine. I report vengono stampati sulla stampante predefinita, se non diversamente specificato. È possibile specificare le opzioni della stampante nella finestra di dialogo Print Setup (Impostazioni di stampa), accessibile dal menu File (File).

### Spegnimento dello strumento

Esistono tre modalità standby e di spegnimento:

- Modalità standby con flusso di argon per gli intervalli tra l'uso di routine (pagina 52)
- Modalità standby senza flusso di argon per lo spegnimento durante la notte, i fine settimana e a lungo termine (pagina 52)
- Spegnimento totale per uno spegnimento completo (pagina 54)

#### Modalità standby dello strumento con flusso di argon

Questa opzione della modalità standby lascia lo strumento ICP-OES 5800/5900 in uno stato di pronto, consumando solo una bassa quantità di utenze (argon ed elettricità). Il vantaggio della modalità standby è che lo strumento 5800/5900 può ritornare alle condizioni operative in meno di 20 minuti dall'accensione del plasma. La modalità standby è abilitata automaticamente una volta terminata l'ultima analisi e spento il plasma. Fare riferimento a "Impostazione dello strumento in modalità standby con o senza flusso di argon" a pagina 52 per assicurarsi che lo strumento sia predisposto per la modalità standby.

In genere per la modalità standby è consigliabile lasciare accesa l'alimentazione dello strumento ICP-OES e pressurizzata l'alimentazione di argon, lasciando fluire attraverso il policromatore un filo di argon di spurgo, mentre non è in corso la raccolta di dati analitici.

Per tornare alle condizioni operative da questa modalità, accendere il plasma e stabilizzare per 20 minuti.

#### Modalità standby dello strumento senza flusso di argon

Per lo spegnimento durante la notte, i fine settimana e a lungo termine, si consiglia di lasciare completamente alimentato lo strumento ma spento il plasma. In questa modalità sono spenti anche i sistemi di spurgo. Il sistema di raffreddamento interno ad aria funziona a capacità ridotta.

Questa opzione della modalità standby riduce ulteriormente il consumo di utenze. L'alimentazione dello strumento ICP-OES può essere lasciata accesa, mentre il flusso di argon può essere completamente arrestato. Fare riferimento a "Impostazione dello strumento in modalità standby con o senza flusso di argon" a pagina 52 per assicurarsi che lo strumento sia predisposto per la modalità standby.

Per tornare alle condizioni operative da uno stato senza flusso di gas, attivare il software e avviare il flusso di gas a strumento ICP-OES acceso e lasciar spurgare per 30 minuti prima dell'attivazione del sistema di refrigerazione dell'acqua o del plasma. Lo spurgo di 30 minuti è necessario per rimuovere l'eventuale vapore acqueo atmosferico dai componenti ottici.

- NOTA Si sconsiglia di arrestare il flusso di argon, in particolare se si eseguono regolarmente analisi di linee al di sotto dei 190 nm. L'arresto del flusso di argon riduce il consumo di utenze; tuttavia il ripristino delle condizioni operative dello strumento ICP-OES per le linee nell'UV profondo richiede tempi più lunghi una volta riavviato il flusso di argon.
  - NOTA Se si arresta il flusso di argon, spegnere anche il sistema di refrigerazione dell'acqua.

## Impostazione dello strumento in modalità standby con o senza flusso di argon

#### Per impostare lo strumento in modalità standby:

1 Risciacquare la camera di nebulizzazione aspirando acqua per alcuni minuti.

NOTA Se si analizzano campioni organici, si consiglia di pulire e asciugare accuratamente la camera di nebulizzazione tra un'analisi e l'altra.

2 Spegnere il plasma facendo clic sull'icona Plasma Off (Plasma spento), premendo la combinazione di tasti Maiusc + F5 sulla tastiera o scegliendo Plasma Off (Plasma spento) dal menu Analyze (Analizza). La pompa peristaltica si arresta automaticamente quando il plasma viene spento.

- 3 Spegnere il boost del policromatore durante la notte deselezionando Polychromator > Boost (Policromatore > Boost) nella scheda Status (Stato) della finestra Instrument (Strumento).
- 4 Solo per la modalità standby senza flusso di argon: arrestare l'alimentazione dell'argon.
- 5 Per prolungare la durata utile dei tubi della pompa peristaltica, allentarli rilasciando le barre di pressione ed estrarre i tubi dalle scanalature. A questo scopo:
  - **a** Spingere verso l'alto le viti delle barre di pressione. Questa operazione rilascia le viti dalle barre di pressione (fare riferimento a Figura 13).
  - **b** Lasciare che la barra di pressione oscilli verso il basso.
  - c Estrarre i tubi dalle scanalature.



Figura 13. Pompa peristaltica con viti della barra di pressione spinte verso l'alto e barra di pressione disinnestata in basso; è possibile allentare i tubi

- 6 Spegnere il sistema di refrigerazione dell'acqua.
- 7 Chiudere il foglio di lavoro facendo clic su Close (Chiudi) nel menu File (File) ma lasciare in esecuzione il software ICP Expert. È possibile spegnere la stampante, il monitor e gli eventuali accessori se necessario.

Assicurarsi che l'opzione Risparmio energia del PC sia disattivata (in modo da impedire lo spegnimento del disco rigido). Se questa opzione non è disattivata, si potrebbero perdere dati durante uno spegnimento imprevisto.



Fumi nocivi Pericolo di inalazione. Il sistema di scarico DEVE rimanere acceso se le alimentazioni di gas sono aperte.

#### Spegnimento dello strumento per un periodo prolungato

In caso di periodi prolungati di inutilizzo, eseguire uno spegnimento completo dello strumento. Questa operazione disattiva lo spurgo così come il sistema di termostatazione del policromatore.

Per spegnere completamente lo strumento:

ATTENZIONE L'unità di controllo dei gas del sistema ICP-OES eroga ininterrottamente gas di spurgo al gruppo policromatore durante le analisi e in condizioni di inattività, esclusivamente per ridurre al minimo l'ingresso di umidità. Si consiglia di lasciare sempre accesi sia lo strumento sia l'alimentazione dei gas eccetto durante i periodi di inutilizzo prolungato.

- 1 Seguire i passaggi 1-7 della procedura della modalità standby.
- 2 Spegnere gli eventuali accessori (se pertinente) e quindi arrestare l'alimentazione dell'argon sulla bombola.
- 3 Spegnere l'alimentazione in basso a sinistra sul lato anteriore dello strumento.
- 4 Attendere che il LED verde del pulsante anteriore di accensione/spegnimento smetta di lampeggiare; quindi spegnere l'interruttore di alimentazione di rete sul lato sinistro dello strumento. Questa operazione disattiva l'intero strumento così come il sistema di termostatazione del policromatore.
- 5 Spegnere il sistema di scarico del laboratorio.
- **6** Uscire dal software ICP Expert, se non è più necessario, scegliendo Exit (Esci) dal menu File. Spegnere la stampante e il monitor.

Il riavvio dello strumento per predisporlo nuovamente per le analisi richiederà varie ore a causa della durata dello spurgo con gas e della stabilizzazione termica del policromatore. Vedere pagina 44 per ottenere le istruzioni complete per il riavvio.

#### NOTA

Se lo strumento non sarà utilizzato per un determinato periodo, rimuovere da torcia, cono, ugello e vano torcia eventuali depositi, sporcizia o residui. Verificare lo stato di pulizia della finestra assiale rimovibile una volta rimosso il cono.

Pagina lasciata intenzionalmente vuota.

Manutenzione di routine	58
Pulizia	60
Pulizia della torcia	61
Risoluzione dei problemi	71
Parti di ricambio	71
Assistenza tecnica	72

Questo capitolo include gli interventi di manutenzione del sistema ICP-OES Agilent che possono essere effettuati da un operatore. Qualsiasi procedura di manutenzione non espressamente citata in questo capitolo deve essere effettuata esclusivamente da tecnici qualificati, addestrati o autorizzati da Agilent.

#### AVVERTENZA

5



Pericolo per gli occhi Indossare sempre occhiali di sicurezza adeguati durante la manipolazione di seluzioni di compioni e di altre sestenze obimiche, e guando il placme è

di soluzioni di campioni e di altre sostanze chimiche, o quando il plasma è acceso, al fine di ridurre al minimo il rischio di lesioni oculari provocate da liquidi pericolosi ed esposizione a raggi ultravioletti.

#### AVVERTENZA



Pericolo di scosse elettriche

Questo strumento contiene circuiti, dispositivi e componenti elettrici che funzionano a tensioni pericolose. Il contatto con questi circuiti, dispositivi e componenti può avere come conseguenza il decesso, provocare lesioni gravi o scosse elettriche dolorose.



Radiofrequenze pericolose e superfici molto calde Il plasma irradia livelli pericolosi di energia a radiofrequenza (RF). L'esposizione all'energia a RF può provocare gravi lesioni cutanee e cataratta degli occhi, mentre la prossimità con il plasma in funzione può causare gravi ustioni alla pelle oltre a una scarica elettrica che può propagarsi per ampie distanze e potrebbe provocare il decesso, scosse elettriche gravi o ustioni sottocutanee.

NOTA

Questa sezione illustra le procedure di manutenzione dello strumento ICP-OES. Fare riferimento ai manuali degli accessori, del PC e della stampante per le rispettive procedure di manutenzione e alla guida del software ICP Expert per le procedure di manutenzione degli accessori eventualmente ordinati.

## Manutenzione di routine

Le parti del sistema ICP-OES, i prodotti di consumo e gli accessori riportati di seguito richiedono interventi di manutenzione di routine. Le istruzioni per la manutenzione sono incluse in Help and Learning Center del software ICP Expert. Per accedere a tali istruzioni, fare doppio clic sull'icona Help and Learning Center del software ICP Expert sul desktop del computer. Fare clic su oppure cercare **Maintenance** (Manutenzione).

La frequenza degli interventi di manutenzione di routine dipende dalla frequenza d'uso e dalla tipologia di campioni analizzati. Nel caso delle matrici di campioni più complicati o dei sistemi che funzionano ininterrottamente, sono necessari interventi di manutenzione più frequenti.

#### Ogni ora

Controllare e, se necessario, svuotare il vessel di drenaggio.

#### Ogni giorno

- Controllare il sistema di scarico e la pressione dell'argon.
- Controllare il livello di acqua nell'umidificatore argon prima di ogni utilizzo (se pertinente).
- Pulire la superficie del sistema ICP-OES (le perdite dovrebbero essere immediatamente pulite).
- Ispezionare la torcia per individuare l'eventuale ostruzione dell'iniettore o altri danni.
- Controllare il nebulizzatore per individuare eventuali ostruzioni o pulsazioni durante il funzionamento.
- Ispezionare i tubi della pompa e sostituirli se sono appiattiti o hanno perso elasticità. Sganciare i tubi della pompa quando questa non è in uso.
- Portare a termine un'ispezione visiva della camera di nebulizzazione per confermare che i collegamenti non perdano e siano saldi e che gli scarti drenino correttamente.

#### Ogni settimana

- □ Pulire la torcia.
- □ Ispezionare il cono (assiale) o l'ugello (radiale); pulire se necessario.
- Controllare gli altri tubi di introduzione del campione e gli O-ring.
- Sostituire il tubo della pompa peristaltica.
- Delire il nebulizzatore.

#### Ogni mese

- Delire la camera di nebulizzazione.
- Delire il nebulizzatore.
- Controllare gli altri tubi di introduzione e trasferimento del campione e gli O-ring (verificare l'eventuale presenza di usura eccessiva, scarsa tenuta o piegature e sostituire secondo necessità).
- □ Ispezionare le finestra assiale rimovibile e la finestra pre-ottica radiale per verificare che siano pulite. Pulire o sostituire secondo necessità.

- Verificare la condizione del filtro nell'ingresso dell'aria sul lato superiore dello strumento. Rimuovere il gruppo del filtro di ingresso dell'aria e sostituire l'elemento filtrante in presenza di accumulo di polvere e sporcizia.
- Controllare il livello dell'acqua nel sistema di refrigerazione dell'acqua (fare riferimento al manuale in dotazione con il sistema di refrigerazione dell'acqua per informazioni dettagliate).
- Controllare/pulire lo scambiatore di calore (radiatore) sul sistema di refrigerazione per rimuovere l'eventuale accumulo di polvere e sporcizia.
- Effettuare una calibrazione delle lunghezze d'onda.
- Ispezionare il sistema di alimentazione dei gas esterno per individuare eventuali perdite, inclusi i tubi collegati allo strumento, e incrinature da sollecitazioni. Sostituire gli eventuali componenti usurati, danneggiati o che perdono.

#### Ogni anno

- Drenare e sostituire il liquido refrigerante.
- □ Sostituire il filtro del gas argon di spurgo.
- Rimuovere e pulire il filtro dell'acqua sul lato destro dello strumento.
- Drenare periodicamente il liquido refrigerante dal sistema di raffreddamento e quindi rabboccare/trattare con un algicida adeguato (attenendosi alle indicazioni del produttore).

## Pulizia

Pulire immediatamente ogni perdita nel vano per i campioni.

L'utilizzatore (o un'altra figura autorizzata) deve effettuare l'opportuna procedura di decontaminazione in caso di perdita di materiale pericoloso sullo strumento ICP-OES o all'interno dello stesso.

Le superfici esterne dello strumento ICP-OES devono essere tenute pulite. La pulizia deve sempre essere effettuata con un panno morbido. Se necessario, è possibile inumidire il panno con acqua o con un detergente delicato. Non usare solventi organici o agenti detergenti abrasivi.

Prima di impiegare un agente detergente, una procedura o un metodo di decontaminazione diversi da quelli specificati da Agilent, l'utilizzatore (o un'altra figura autorizzata) deve rivolgersi al tecnico locale qualificato dell'assistenza sul campo autorizzato da Agilent o al rappresentante Agilent locale per confermare che il metodo che si intende impiegare non danneggi l'apparecchiatura.

## Pulizia della torcia

Per ottenere la massima durata utile da tutti i modelli di torcia Easy-fit ICP-OES 5800/5900, si raccomanda di eseguire le procedure di pulizia ai primi segni di scolorimento sul tubo esterno della torcia.

Per prolungare al massimo la durata utile della torcia e prevenire la contaminazione, esaminare con frequenza giornaliera le condizioni e lo stato di pulizia della torcia.

Consultare la guida del software ICP Expert per le istruzioni sulla pulizia della torcia in caso di campioni a base organica e che provocano accumulo di carbonio sull'iniettore.

Per accedere alla guida, fare doppio clic sull'icona della guida del software ICP Expert sul desktop del computer.

ATTENZIONE Non utilizzare un filo di pulizia né oggetti abrasivi quali spazzole o una paglietta metallica per pulire la torcia.

#### AVVERTENZA



Superficie molto calda e pericolo di natura chimica La torcia e il vano torcia raggiungono temperature estremamente elevate quando lo strumento è in funzione e rimangono ad alte temperature per un certo periodo dopo lo spegnimento dello strumento. Attendere per almeno cinque minuti il raffreddamento della torcia e del vano torcia prima di tentare di rimuovere la torcia. Usare guanti termoresistenti.

L'acido nitrico, l'acido cloridrico e le soluzioni di alcali forti sono molto corrosivi e possono provocare gravi ustioni se entrano in contatto con la pelle. La preparazione di soluzioni acide in cui immergere la torcia e l'immersione in tali soluzioni devono essere eseguite sotto cappa aspirante per fumi. È essenziale indossare indumenti di protezione adeguati ogniqualvolta si maneggiano tali acidi. Se l'acido entra in contatto con la pelle, risciacquare con acqua abbondante e rivolgersi immediatamente a un medico.

#### Importante

Utilizzare un becher aperto, pulito e di ampio diametro (preferibilmente nel formato alto da 100 mL) o un contenitore simile per versarvi le soluzioni in cui immergere la torcia. Utilizzare il supporto pulizia torcia consigliato (vedere Figura 15A) per le torce Easy-fit ICP-OES 5800/5900 (codice G8010-68021) per tenere capovolta e immersa la torcia durante la procedura di pulizia. Il supporto pulizia torcia è di ausilio nella pulizia della torcia, evita danni all'estremità fragile del tubo esterno in quarzo e limita l'esposizione dei materiali elastomerici sul corpo della torcia a fumi acidi, riducendone la degradazione prematura.

- Utilizzare un acido o detergenti puliti/privi di particelle per l'immersione della torcia.
- Assicurarsi che l'acido non entri in contatto con la guarnizione tra il tubo esterno in quarzo e la base in materiale plastico.
- Non immergere la guarnizione superiore rimovibile della torcia semismontabile.
- Tenere la torcia in posizione verticale, con il giunto sferico in alto, durante ogni fase della procedura di pulizia e risciacquo, se non diversamente indicato.
- Non rimuovere dalla torcia monopezzo il cappuccio adesivo che copre la guarnizione tra il quarzo e la plastica.
- Per una pulizia più efficace, smontare sempre la torcia semi- o completamente smontabile durante le procedure di risciacquo e asciugatura.

#### Procedura di pulizia della torcia tramite immersione in acido per campioni acquosi o a base acida (torce monopezzo e semi-smontabili)

Vedere pagina 30 per ottenere le istruzioni di smontaggio della torcia smontabile.



Figura 14. Componenti della torcia, in cui 1. Giunto sferico, 2. Porte gas, 3. Anello di sicurezza della torcia (solo torcia smontabile) e 4. Tubo esterno della torcia

#### Per pulire la torcia:

- 1 Preparare una soluzione di acqua regia al 50% (1 parte di acqua deionizzata e 1 parte di acqua regia) in un becher aperto di ampio diametro. Per preparare l'acqua regia miscelare acido nitrico concentrato e acido cloridrico concentrato in rapporto 1:3.
- 2 Collocare il becher contenente la soluzione acida sotto il supporto pulizia torcia.
- 3 Immergere le parti in quarzo della torcia in acqua regia 50% per almeno 1 ora. La durata della procedura di pulizia dipende dal grado di contaminazione. Non lasciare la torcia nell'acido per più di 4 ore. In presenza di depositi anche dopo l'immersione in acqua regia 50%, ripetere la procedura di pulizia utilizzando una concentrazione più elevata di acqua regia.
- 4 Collocare la torcia nella soluzione di acqua regia infilandola attraverso il foro presente nel supporto pulizia torcia come mostrato in Figura 15A, B, C e D. Assicurarsi che il tubo esterno in quarzo e l'iniettore siano immersi nella soluzione.

Per immergere l'iniettore senza il set di tubi esterni in quarzo, la piastra per il tubo dell'iniettore della torcia deve essere installata sul supporto pulizia torcia per ridurre al minimo l'esposizione del corpo della torcia ai fumi acidi.

Nel caso delle torce semi- o completamente smontabili, il set di tubi esterni in quarzo può essere rimosso e immerso separatamente in un becher di acqua regia (Figura 15D).

5 Pipettare una certa quantità di acido attraverso il giunto sferico dell'iniettore per rimuovere l'eventuale accumulo dalla parte inferiore dell'iniettore. Vedere Figura 16A.

## ATTENZIONE Evitare che l'acido entri in contatto con la guarnizione nel punto in cui il quarzo tocca la base in plastica. Le guarnizioni e il corpo della torcia potrebbero subire danni.

NOTA È disponibile presso Agilent un supporto pulizia torcia che aiuta a mantenere le torce ferme in posizione verticale durante la pulizia. Per informazioni dettagliate visitare il sito web Agilent: www.agilent.com.

**6** Tenere capovolta la torcia monopezzo durante ogni fase della procedura di pulizia e risciacquo, se non diversamente indicato.



Figura 15A. Immergere la torcia nella soluzione di acqua regia. Assicurarsi che l'iniettore sia immerso nella soluzione.



Figure 15B e C. Supporto pulizia torcia assemblato e piastre intercambiabili per la torcia. Iniettore immerso in acqua regia.



Figura 15D. Set di tubi esterni in quarzo immerso in acqua regia.

- 7 Risciacquare accuratamente la torcia e il set di tubi esterni e asciugare completamente entrambi i componenti prima di utilizzare la torcia nello strumento.
- 8 Attenersi ai passaggi descritti nelle sezioni successive "Risciacquo della torcia" e "Asciugatura della torcia".

#### Risciacquo della torcia

#### Per risciacquare la torcia (torce monopezzo e semi-smontabili):

- 1 Reggere la torcia rivolgendo verso l'alto il connettore del giunto sferico.
- 2 Lavare accuratamente l'interno e l'esterno della torcia con acqua deionizzata (18MΩ.cm) utilizzando una spruzzetta per dirigere il getto d'acqua. Vedere Figura 16A.
- 3 Capovolgere la torcia (vedere Figura 16B) in modo che il tubo in quarzo o l'iniettore siano rivolti verso l'alto e il connettore del giunto sferico sia rivolto verso il basso. Risciacquare spruzzando acqua attraverso i tubi in quarzo in modo che l'acqua fuoriesca dalle porte di ingresso del gas e dal connettore del giunto sferico per almeno 1 minuto.



Figura 16A. Risciacquare l'iniettore con acqua deionizzata attraverso il connettore del giunto sferico.



Figura 16B. Lavare le porte gas e il connettore del giunto sferico con acqua deionizzata.

**4** Se la torcia è stata smontata per pulirla, lavare accuratamente il set di tubi esterni in quarzo e la guarnizione superiore rimovibile. Vedere Figura 17A e Figura 17B.



Figura 17A e B. Risciacquare con acqua deionizzata il set di tubi esterni in quarzo e la guarnizione superiore.

- **5** Asciugare completamente la torcia e rimontare la torcia semi-smontabile se necessario, prima di utilizzare la torcia sullo strumento.
- NOTA Nel caso di campioni con alto tenore di solidi disciolti totali (TDS), per esempio estratti da campioni di terreno, immergere le parti in quarzo della torcia in una soluzione detergente al 5% v/v per 10 minuti dopo la fase di pulizia iniziale con acido. Risciacquare sempre accuratamente la torcia e asciugarla completamente prima di utilizzarla nello strumento. Attenersi ai passaggi descritti in precedenza nella sezione "Risciacquo della torcia" e nella sezione successiva "Asciugatura della torcia". Questo ulteriore passaggio può essere di ausilio per ridurre i depositi sul tubo esterno della torcia.

#### ATTENZIONE

Non collocare le parti in plastica della torcia in un forno di asciugatura. Questa operazione non è efficace quanto l'impiego di aria compressa, argon o azoto per rimuovere l'umidità e potrebbe danneggiare la torcia.

#### Asciugatura della torcia

- 1 Tenere capovolta la torcia (rivolgendo verso l'alto il connettore del giunto sferico).
- 2 Soffiare aria compressa, argon o azoto puliti attraverso le porte di alimentazione dei gas sulla base e attraverso l'apertura del giunto sferico per rimuovere l'umidità. Vedere Figura 18A e Figura 18B.



Figura 18A e B. Usare aria compressa, argon o azoto per asciugare la torcia.

**3** Soffiare aria compressa, argon o azoto puliti attraverso l'estremità aperta del set di tubi esterni in quarzo. Non inserire l'ugello dell'aria nel set di tubi. Vedere Figura 19.



Figura 19. Soffiare aria compressa, argon o azoto puliti attraverso l'estremità aperta del set di tubi.

- 4 Se la torcia è stata smontata per pulirla, soffiare aria compressa, argon o azoto puliti attraverso il set di tubi esterni in quarzo e la guarnizione superiore per rimuovere ogni traccia di umidità.
- **5** Soffiare via con cautela eventuali residui di umidità dal corpo della torcia e dalle parti in quarzo.
- 6 Assicurarsi di aver rimosso completamente l'umidità prima di rimontare la torcia nello strumento.
- 7 Nel caso delle torce semi- e completamente smontabili, è consigliabile smontare la torcia per accedere più facilmente al corpo della torcia e asciugarla completamente.

#### Controlli supplementari al termine della pulizia

#### Eseguire i seguenti controlli al termine della pulizia:

- 1 Esaminare la torcia per individuare eventuali danni, per esempio allentamento dei tubi in quarzo nella base in materiale plastico, fori o fessure di dimensioni significative. Qualora si riscontrino danni, sostituire immediatamente la torcia.
- 2 Verificare l'eventuale presenza di effetto memoria dopo aver reinstallato la torcia nello strumento per stabilire se la procedura di pulizia è stata sufficiente. In presenza di effetto memoria, ripetere la procedura di pulizia.
- **3** Sostituire la torcia se la superficie esterna del tubo esterno in quarzo appare ruvida al tatto (un segno tipico di usura), oppure in presenza di fessure visibili.
- NOTA L'esposizione prolungata ad acido durante la pulizia può causare lo scolorimento della base in plastica. Si tratta di un cambio di aspetto puramente estetico e che non compromette le prestazioni, purché la torcia sia pulita e i risultati delle altre verifiche della torcia siano soddisfacenti.

#### SUGGERIMENTO Riporre la torcia nella confezione originale o in un sacchetto di plastica quando non la si utilizza o, in alternativa, usare il rack di stoccaggio per torcia Easy-fit ICP-OES Agilent (codice G8010-67000).

## Risoluzione dei problemi

Per informazioni sulla risoluzione dei problemi consultare l'Help and Learning Center del software ICP Expert:

- 1 Fare doppio clic su Help and Learning Center del software ICP Expert sul desktop del computer.
- 2 Fare clic su oppure cercare **Troubleshooting** (Risoluzione dei problemi) per visualizzare le istruzioni sulla risoluzione dei problemi.

## Parti di ricambio

Per informazioni su come ordinare parti di ricambio e prodotti di consumo, fare riferimento al sito web Agilent Technologies:

www.agilent.com

Per sostituire gli articoli elencati di seguito, è obbligatorio usare parti prodotte da Agilent, che possono essere ordinate online sul sito web Agilent o tramite il rappresentante di zona.

Quando si sostituisce il cavo di comunicazione, usare sempre un cavo Ethernet classificato come "cavo patch categoria 5E, STP/FTP, schermato, a trefoli, bianco, 14 ft, con guaina" per garantire il rispetto della conformità EMC.

Di seguito è riportato un elenco di parti di ricambio che è consigliabile tenere a portata di mano per ridurre al minimo il fermo macchina durante gli interventi di manutenzione e riparazione:

- Torcia (monopezzo) o componenti di ricambio quali il set di tubi esterni e iniettore, se si utilizza una torcia smontabile
- Elemento filtrante dell'ingresso dell'aria (filtro antipolvere)
- Finestra pre-ottica assiale
- Finestra pre-ottica radiale
- Camera di nebulizzazione
- Nebulizzatore
- Tubo della pompa peristaltica
- Tubo di drenaggio

## Assistenza tecnica

Fare riferimento al sito web Agilent Technologies per informazioni dettagliate su come contattare l'assistenza tecnica:

www.agilent.com
## In questo manuale

Il manuale descrive quanto segue:

- Prassi di sicurezza e pericoli
- Introduzione
- Installazione
- Funzionamento
- Manutenzione e risoluzione di problemi

## www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. © Agilent Technologies 2019

Edizione 1, 10/2019



