

Document nummer: **LI.006**

Sectie: LAB

Page 1 of 11

Versie	Auteur	Datum	Status	Commentaar
V1.0	Joshua Civile	December 1, 2021	Concept	
V1.0	Patrick Teeuwisse	January 7, 2022	Reviewed	
		Click here to enter a date.	Choose an item.	

## Inhoudsopgave

<b>inleiding</b> .....	<b>2</b>
o Gevaren.....	2
o PBM's.....	2
o Omschrijving.....	2
<b>Opstarten ICP-OES</b> .....	<b>3</b>
<b>Opstarten Syngistix Software &amp; Plasma</b> .....	<b>4</b>
<b>Opwarmen ICP-OES</b> .....	<b>4</b>
<b>Meting uitvoeren</b> .....	<b>6</b>
o Methode aanpassen.....	6
o IJken.....	8
o Monsters meten .....	9
<b>Resultaten</b> .....	<b>10</b>
o Bekijken & Exporteren .....	10



**Document nummer: LI.006**

Sectie: LAB

Page 2 of 11

## inleiding

### o Gevaren

- Zie MSDS van salpeterzuur ( $\text{HNO}_3$ )
- Volg richtlijnen van “werken met zuren”

### o PBM's

- Labjas
- Veiligheidsbril
- Nitril handschoenen

### o Omschrijving

Deze lab instructie is bedoeld voor het correct opstarten en bedienen van de ICP-OES. Voorzien van afbeeldingen de corresponderen met de benodigde handeling. De handleiding is aangevuld met een stappenplan om ook de resultaten van de reeds gemaakte ijkingen en/of metingen te herprinten.

Document nummer: **LI.006**

Sectie: LAB

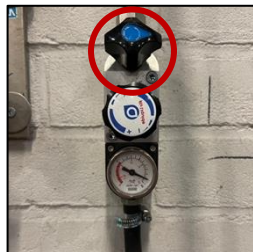
Page 3 of 11

## Opstarten ICP-OES

#	Stap	Foto
1.	Controleer of het argon (buiten lab) open staat	1a 1b
2.	Controleer het reduceerventiel binnen (6-7 bar )	2
3.	Klem de slangen van de ICP vast	3
4.	Controleer volume 1% HNO <sub>3</sub> rinse ples	4
5.	Zet afzuiging van de ICP aan	5
6.	Zet afzuiging ruimte aan	6



1a



1b



2



3



4




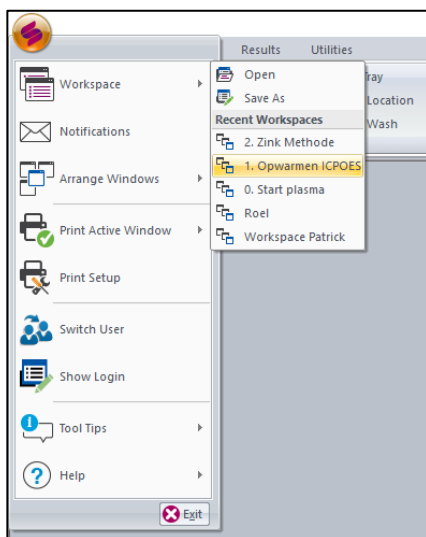
5



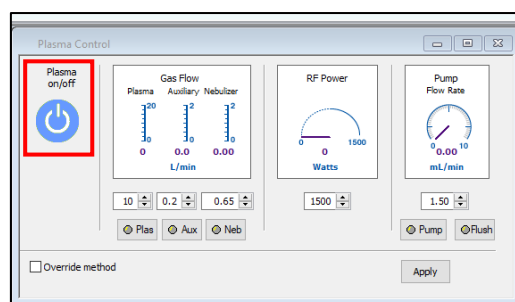
6

## Opstarten Syngistix Software & Plasma

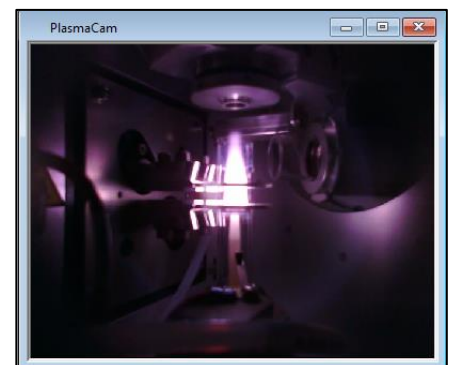
#	Stap	Foto	Mogelijke fout	Oplossing
1.	Open Syngistix for ICP		Generator could not be found	Controleer USB verbinding  Herstart PC, ICP en chiller (grondmodule)
2.	Klik links bovenin op  Workspace → "1. Opwarmen ICP OES"	1		
3.	Druk op "Plasma on/off"	2		
4.	Bekijk Plasma Cam of plasma wordt gevormd	3		



1



2

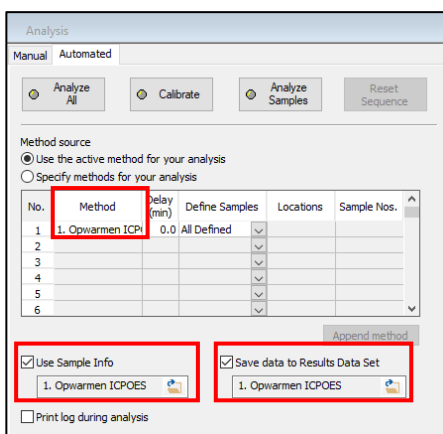


3

## Opwarmen ICP-OES

Het doel van het opwarmen van de ICP is om te controleren of het plasma nog naar behoren tot stand is gekomen en of de detector in de juiste range meet.

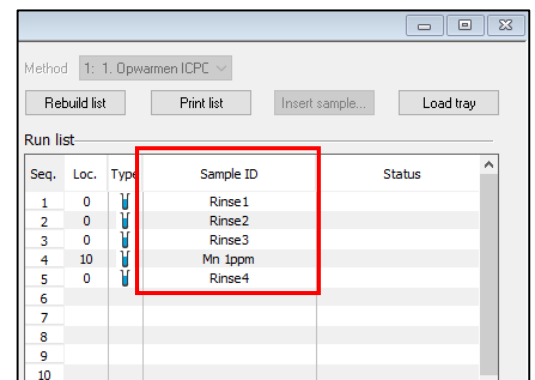
#	Stap	Foto
5.	Controleer of <ul style="list-style-type: none"> <li>workspace "1. Opwarmen ICPOES" is geselecteerd</li> <li>Sample info "1. Opwarmen ICPOES" is geselecteerd</li> <li>Data set "1. Opwarmen ICPOES" is geselecteerd</li> </ul>	7
6.	Controleer op Auto sampler locatie 10 op '1 ppm Mn' buis en vloeistof gehalte	8
7.	Controleer run list: Rinse1, Rinse2, Rinse3, Mn 1ppm, Rinse4	9
8.	Druk op 'analyze all'	10
9.	Bekijk bij results het aantal counts (cps) voor Mn radiaal en axiaal en noteer dit in het excelsheet 'Daily Performance Radiaal' op het bureaublad en controleer verhouding	11
10.	Run initialize Optics	12



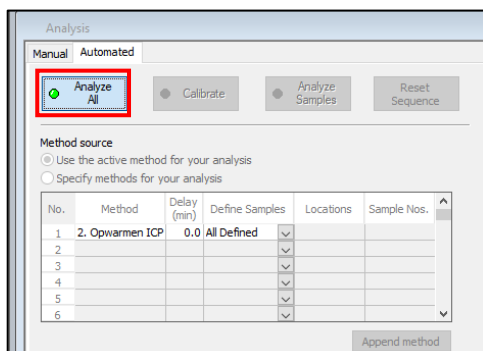
7



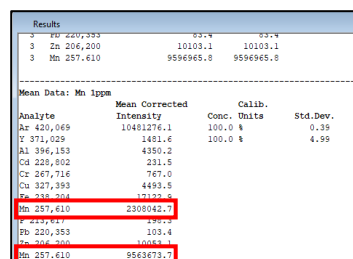
8



9

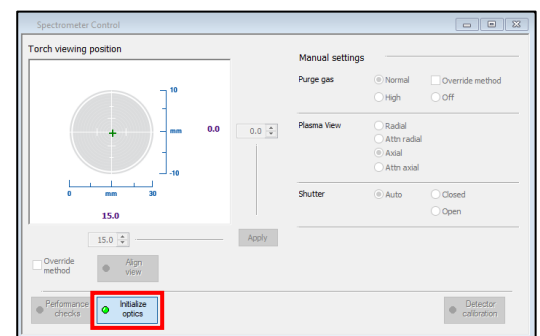


10



Analyte	Intensity	Mean Corrected	Conc. Units	Std.Dev.
Ar 420,069	10481276.1	100.0 %	0.35	
F 371,029	1481.6	100.0 %	4.99	
Al 396,153	4350.2			
Cd 239,802	231.5			
Cr 267,716	767.0			
Cu 287,393	4493.5			
Fe 338,904	17329.6			
Mn 257,610	2308042.7			
P 213,677	1997.3			
Pb 220,353	103.4			
Sn 306,200	10653.1			
Zn 257,610	9563673.7			

11




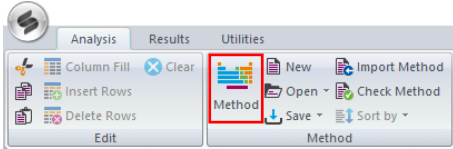
12

## Meting uitvoeren

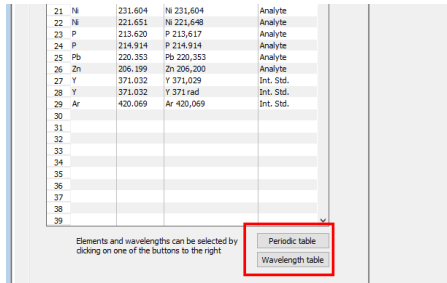
Om de monsters te kunnen meten, dient er van tevoren eerst ijklijnen te worden gemaakt. De ijklijnen zijn opgenomen in de Methode. Indien er nieuwe ijkvloei stof is gemaakt of nieuwe verdunningen, is het noodzaak dit aan te passen in de Methode. Als er geen nieuwe ijkvloei stof of verdunningen worden gebruikt hoeft de methode niet worden aangepast en kan je verder naar "IJken" pagina

### o Methode aanpassen

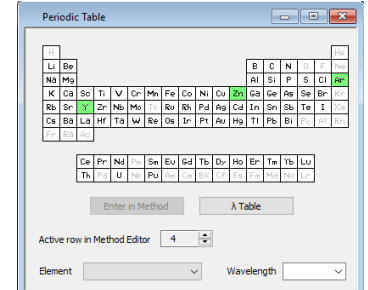
#	Stap	Foto	
11.	Klik links bovenin op  Workspace → kies gewenste methode		
12.	Onder tabblad 'Analysis' klik op 'Method'	13	
13.	<b>Tabblad 'spectrometer'</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Define analyte</li> </ul>	Voeg elementen toe door onderin op 'Periodic Table' te klikken en in het venster op het element te klikken met de juiste golflengte. Klik op 'Enter in Method' om het element toe te voegen aan de lijst Bepaal onder 'Function' of het element een interne standaard is	14a 14b 14c
14.	<b>Tabblad Sampler</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Plasma</li> </ul>	Bepaal bij kolom 'Plasma view' of het element Axiaal of Radiaal gemeten moet worden	15
15.	<b>Tabblad Process</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Internal standard</li> <li>o Internal stds check</li> </ul>	Wijs hier de interne standaard toe aan het element  Indien er een interne standaard meeloopt, bepaal hier de limieten voor de interne standaard	16a 16b
16.	<b>Tabblad Calibration</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>o Define standards</li> <li>o Calib units and concentrations</li> <li>o Blank usage</li> <li>o Equations and sample units</li> </ul>	Definieer hier je blanco en namen voor je ijklijnen met daarbij de juiste locatie op de autosampler  Definieer hier de concentraties van de elementen in de ijklijnen met de juiste eenheid  'Use calibration blank' selecteer blanco achter ieder element behalve de interne standaard  Onder 'calibration equation' selecteer 'lin thru 0' voor alle elementen. Bepaal bij 'sample unit' de eenheid voor resultaten van de elementen in de monsters	17a 17b 17c 17d
17.	Sluit de Method editor		
18.	In venster 'analysis' klik op 'rebuild list'	18	



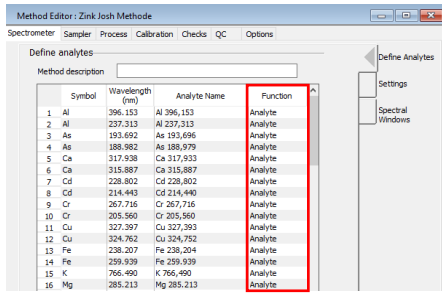
13



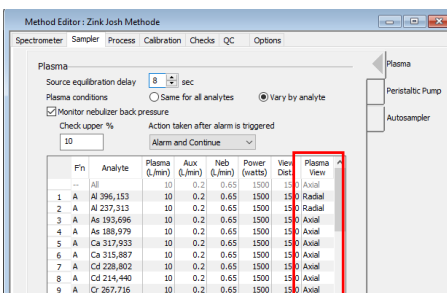
14a



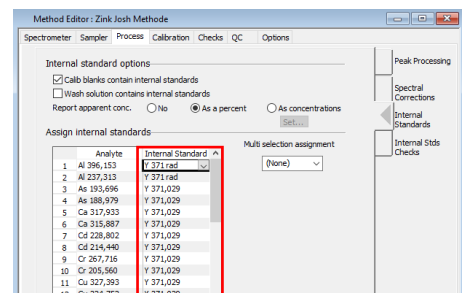
14b



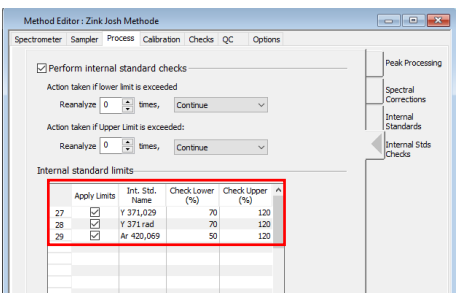
14c



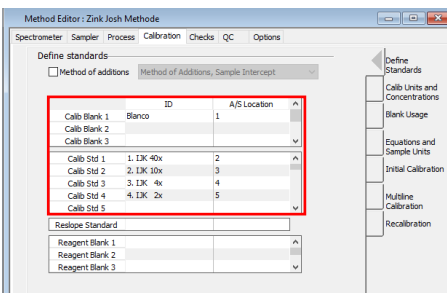
15



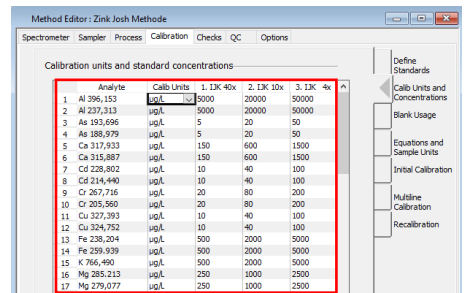
16a



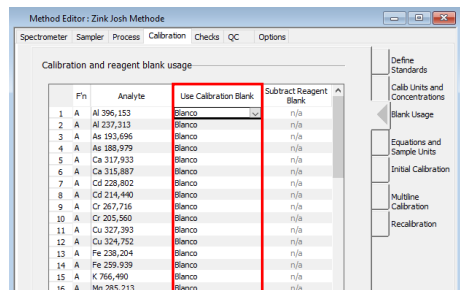
16b



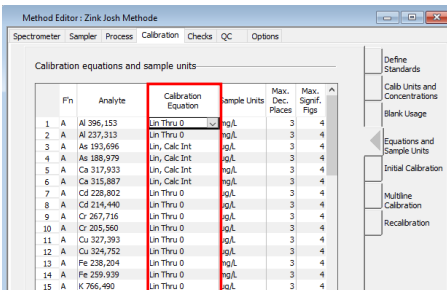
17a



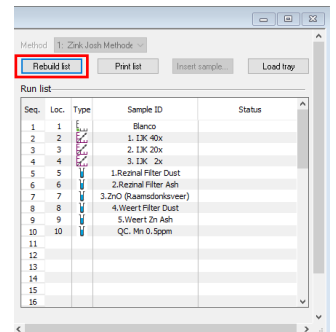
17b



17c



17d



18

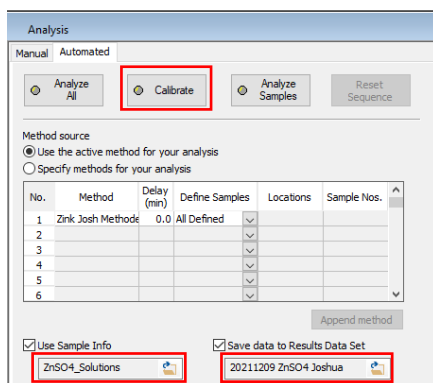
Document nummer: **LI.006**

Sectie: LAB

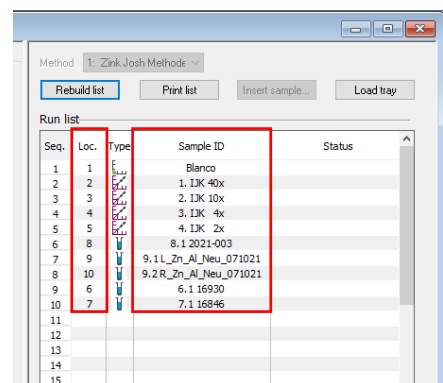
Page 8 of 11

o IJken

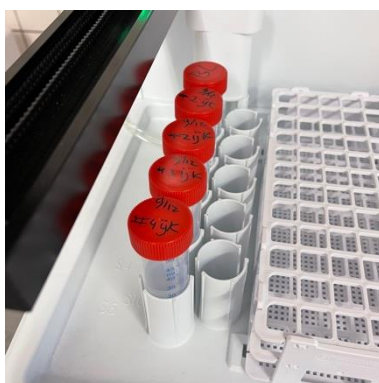
#	Stap	Foto
19.	Selecteer de juiste 'Sample info' of maak een nieuwe sample lijst	19
20.	Selecteer de juiste 'data set' of maak een nieuwe data set	19
21.	In venster 'analysis' klik op 'rebuild list'	20
22.	Controleer in venster 'analysis' onder kolom 'sample ID' of alle ijklijnen en monsters staan vermeld	20
23.	Plaats de blanco en de ijkvloeistof op de plek in de autosampler die overeenkomt met wat staat vermeld bij kolom 'loc.'	20 21
24.	Controleer of alle de doppen van de buisjes zijn verwijderd.	22
25.	In venster 'analysis' klik op 'calibrate' en wacht tot alle metingen zijn uitgevoerd	19



19



20



21



22

o Monsters meten

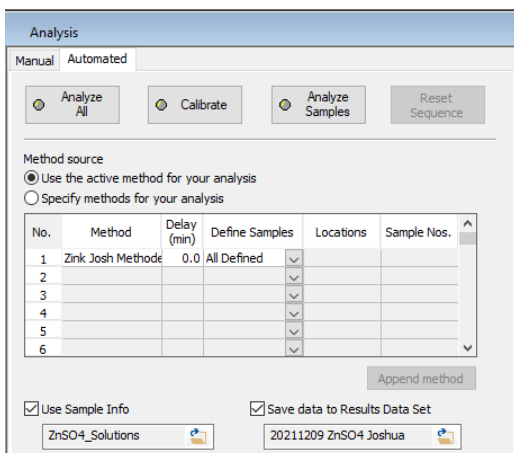
#	Stap	Foto
26.	Controleer of de positie van de monsters in de autosampler overeenkomt met de positie die staat vermeld in kolom 'loc.' In het venster 'analysis'	23
27.	Controleer of alle doppen van alle monsters zijn verwijderd	24
28.	In het venster 'analysis' klik op 'analyze samples' en wacht tot alle metingen zijn uitgevoerd	25



24



23

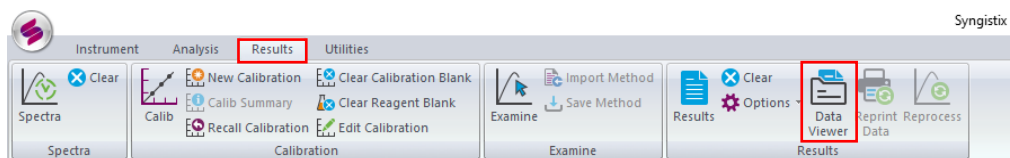


25

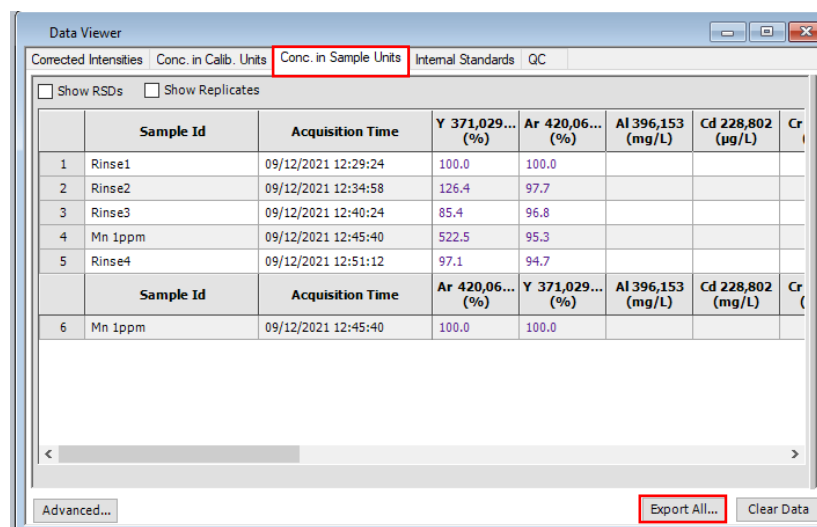
## Resultaten

o Bekijken & Exporteren

#	Stap	Foto
29.	Klik bovenin op het tabblad 'Results' → Data viewer	26
30.	In het venster 'Data Viewer' klik op tabblad 'Conc. In Sample Units'	27
31.	Bekijk hier de resultaten van de meting	
32.	Klik onder in het venster 'Data Viewer' op 'Export All...'	27
33.	Kies een locatie om het excelsheet op te slaan	



26



Data Viewer							
Corrected Intensities		Conc. in Calib. Units	Conc. in Sample Units	Internal Standards	QC		
<input type="checkbox"/> Show RSDs <input type="checkbox"/> Show Replicates							
	Sample Id	Acquisition Time	Y 371,029... (%)	Ar 420,06... (%)	Al 396,153 (mg/L)	Cd 228,802 (µg/L)	Cr
1	Rinse1	09/12/2021 12:29:24	100.0	100.0			
2	Rinse2	09/12/2021 12:34:58	126.4	97.7			
3	Rinse3	09/12/2021 12:40:24	85.4	96.8			
4	Mn 1ppm	09/12/2021 12:45:40	522.5	95.3			
5	Rinse4	09/12/2021 12:51:12	97.1	94.7			
	Sample Id	Acquisition Time	Ar 420,06... (%)	Y 371,029... (%)	Al 396,153 (mg/L)	Cd 228,802 (mg/L)	Cr (
6	Mn 1ppm	09/12/2021 12:45:40	100.0	100.0			

27



**Document nummer: LI.006**

Sectie: LAB

Page 11 of 11