

NOTA TECNICA SAVILLEX

PERFORMANCE DEL VC ULTRA ACID VAPOR CLEANING SYSTEM

Introduzione

Il Savillex VC Ultra Acid Vapor Cleaning System è un sistema automatizzato per la pulizia dei vessel del microonde e altri articoli da laboratorio. Questa nota tecnica valuta l'efficacia del VC Ultra per la pulizia dei vessel del microonde dopo la digestione di un campione (NIST 1575a Pine Needles) contenente quantità relativamente elevate di metalli in tracce. Dopo la pulizia, i vessel sono stati inseriti nel microonde e le soluzioni risultanti (bianchi) sono state analizzate mediante ICP-MS.



VC Ultra Acid Vapor Cleaning System

Utilizzando un ciclo di pulizia automatizzato di 4 ore, il VC Ultra ha dimostrato la capacità di pulire i recipienti utilizzati per digerire un campione con un contenuto elementare relativamente elevato fino ai livelli del bianco.

Metodologia

Testando l'efficienza di pulizia del VC Ultra, un campione contenente concentrazioni relativamente elevate di elementi è stato digerito nel vessel prima della pulizia. Un materiale di riferimento standard, NIST 1575a Trace Elements in Pine Needles, è stato scelto per rappresentare un campione con diverse concentrazioni elementari fino a diverse migliaia di ppm. Utilizzando il sistema di digestione a microonde CEM MARS 6 (CEM, Matthews, NC, USA) e i vessel CEM Xpress (55 ml), CEM ha condotto una digestione di routine del campione. Questo è stato pesato in 20 vessel: 0,5 g di campione in ciascuno, insieme a 10 mL di acido nitrico (reagent grade nitric acid). I vessel sono stati poi tappati e caricati nel MARS 6 ed è stata eseguita una digestione utilizzando il metodo Plant Material One Touch iWave a 200°C. Dopo il completamento della digestione, in fase di raffreddamento, i vessel sono stati svuotati, i digest scartati e i recipienti risciacquati con acqua deionizzata.

I vessel sono stati quindi caricati nel VC Ultra sul rack Xpress per la pulizia. I tappi e gli inserti sono stati posizionati sui vassoi estraibili all'interno del VC Ultra, sopra i rack dei vessel. Dell'acido nitrico è stato aggiunto alla linea di riempimento del serbatoio (~950 mL). Si noti che l'acido ad elevata purezza non è necessario per la pulizia poiché il VC Ultra genera vapore acido ad elevata purezza mediante distillazione. L'acido può anche essere riutilizzato più volte. È stato eseguito un ciclo di pulizia standard di 4 ore. Il ciclo VC Ultra è stato avviato alla fine della giornata: durante la sera, il ciclo è stato completato e il VC Ultra si è spento. La mattina seguente, i vessel, i tappi e gli inserti sono stati rimossi e sciacquati con acqua deionizzata e lasciati asciugare all'aria. Questa volta sono stati aggiunti 10 mL di acido nitrico distillato di elevata purezza. I vessel sono stati tappati, caricati nel CEM MARS 6 e una blank digestion è stata eseguita utilizzando il metodo Xpress One Touch iWave a 150°C poiché non era presente alcun campione solido da digerire. Dopo aver completato

il run, durante il raffreddamento, i blank digest sono stati risciacquati in contenitori standard di articoli da laboratorio per tracce e portati a 200 mL con DIW.

Risultati

I blank digest sono stati performati su un Thermo iCAP Q ICP-MS in modalità KED. È stata utilizzata una calibrazione a 4 punti utilizzando un CRM multielemento e sono stati generati i valori di concentrazione per i blank digest, mostrati in tabella 1 per sedici elementi. Solo potassio (1,35 ppb) e sodio (0,9 ppb) erano pari o superiori a un ppb nel bianco. Gli elementi rimanenti erano a livelli ppt o al di sotto del limite di rilevabilità.

| Element (Mode) | 23Na (KED) | 24Mg (KED) | 39K (KED) | 51V (KED) | 52Cr (KED) | 55Mn (KED) | 57Fe (KED) | 59Co (KED) |
|---------------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|
| Concentration (ppb) | 0.99 | 0.12 | 1.35 | ND | 0.03 | ND | 0.17 | ND |
| Element (Mode) | 60Ni (KED) | 63Cu (KED) | 68Zn (KED) | 75As (KED) | 88Sr (KED) | 111Cd (KED) | 136Ba (KED) | 206Pb (KED) |
| Concentration (ppb) | 0.02 | ND | 0.39 | ND | 0.01 | ND | 0.03 | ND |

Tabella 1: Concentrazioni elementari nei bianchi (dopo un ciclo nel VC Ultra Cleaning), by ICMS. Dati per gentile concessione di CEM, Matthews, NC, USA.

Le concentrazioni elementari (valori certificati e di riferimento) nel NIST 1575a sono mostrate nella Tabella 2, insieme alle concentrazioni del bianco dopo la pulizia dei vessel per il confronto.

| NIST 1575a Pine Needles | | |
|-------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| Element | Certified or Reference Value (ppm) | Vessel Blank After Cleaning (ppm) |
| Al | 580 | |
| As | 0.039 | ND |
| Ba | 6 | 0.03 |
| Ca | 25000 | |
| Cd | 0.233 | ND |
| Co | 0.061 | ND |
| Cu | 2.8 | ND |
| Fe | 46 | 0.17 |
| Hg | 0.0399 | |
| K | 41700 | 1.35 |
| Na | 63 | 0.99 |
| Mn | 488 | ND |
| P | 10700 | |
| Pb | 0.167 | ND |
| Rb | 16.5 | |
| Zn | 38 | 0.39 |

Tabella 2: Concentrazioni elementari nel NIST 1575a con il bianco dopo la pulizia dei vessel. (ND = non rilevato). Dati per gentile concessione di CEM, Matthews, NC, USA.

Conclusioni

Dato che le misurazioni sono state eseguite in un laboratorio non-clean, le concentrazioni ottenute nei bianchi (dopo il ciclo di pulizia VC Ultra) erano tutte pari o vicine ai limiti di riferimento, anche se il digest del NIST 1575a conteneva diversi elementi a livelli di ppm. Ciò dimostra che il VC Ultra ha pulito efficacemente i recipienti che erano stati utilizzati per digestioni di livello relativamente elevato in un singolo ciclo di pulizia di 4 ore. Tutti i dati sono per gentile concessione di CEM, Matthews, NC, USA.