

Анализ промышленных отходов с помощью ИСП-ОЭС спектрометра Agilent 5800 VDV

Интеллектуальные инструменты, помогающие
в работе и в анализе проб

Анализ проб сложного состава

Китайская методика HJ 781-2015 описывает процедуру определения 22 элементов в твердых отходах, переведенных в раствор с помощью четырех кислот в микроволновом минерализаторе. В таких сложных пробах зачастую присутствуют элементы, которые методика не определяет. Эти примесные элементы, зачастую неизвестные, могут вызывать спектральные помехи, если не учитывать их наличие. Спектральные помехи могут приводить к ошибочным результатам и необходимости повторно выполнять анализ, тратя на это драгоценное время.

Функция Agilent IntelliQuant автоматически определяет потенциальные спектральные помехи и неизвестные элементы и дает важную информацию о составе пробы. Она способна за считанные секунды определить в пробе до 70 элементов. Полученные данные можно отфильтровать, оставив только те элементы, которые вам интересны.

В этой работе аналитические характеристики прибора были продемонстрированы путем анализа стандартного образца промышленных отходов NIST SRM 2782. Результаты представлены в табл. 1. Для всех элементов были достигнуты степени обнаружения аттестованного значения $\pm 10\%$.

Таблица 1. Результаты определения 9 из 22 элементов стандартного образца NIST SRM 2782 по методике, соответствующей требованиям китайского стандарта HJ 781-2015, на ИСП-ОЭС Agilent 5800. Полный список результатов доступен в документе компании Agilent № 5994-1542.

| Элемент и длина волны (нм) | Пределы обнаружения метода (мг/кг) | Предел обнаружения согласно HJ 781 (мг/кг) | Измерено в стандартном образце (мг/кг) | Ожидаемое (мг/кг) | Найденное содержание (% от эталонного) |
|-------------------------------------|---|---|---|----------------------|--|
| As 188,980 | 0,0711 | – | 164 | 166 | 99 |
| Cd 228,802 | 0,0103 | 0,1 | 3,82 | 4,17 | 92 |
| Cr 267,716 | 0,0395 | 0,5 | 102 | 109 | 94 |
| Cu 327,395 | 0,0337 | 0,4 | 2 690 | 2 594 | 104 |
| Fe 273,358 | 1,96 | 8,9 | 267 000 | 269 000 | 99 |
| Mo 204,598 | 0,0299 | – | 9,98 | 10,07 | 99 |
| Ni 221,648 | 0,0247 | 0,4 | 151 | 154,1 | 98 |
| Pb 220,353 | 0,0571 | 1,4 | 533 | 574 | 93 |
| Zn 206,200 | 0,0216 | 1,2 | 1 200 | 1 254 | 96 |

Информация о пробе, полученная с помощью функции IntelliQuant

Функция Agilent IntelliQuant помогла добиться высоких степеней обнаружения, достигнутых в анализе данного стандартного образца. Методика HJ-781 позволяет выбрать для анализа одну из трех эмиссионных линий цинка: 213,857, 202,548 или 206,200 нм. Быстрое сканирование минерализованной пробы промышленных отходов функцией IntelliQuant позволило обнаружить помехи для двух из этих линий (213,857 и 202,548 нм). На это указывает одна звездочка степени надежности, присвоенная этим линиям функцией IntelliQuant (см. рис. 1). IntelliQuant предложила пять других доступных линий для определения цинка (см. рис. 1). Одна из линий, указанная в методике (Zn 206,200 нм), а также линия Zn 334,502 нм получили наивысшую степень надежности (пять звездочек). Однако линия Zn 206,200 нм показала повышенную по сравнению с линией 334,502 нм чувствительность и, соответственно, обеспечивает лучший предел обнаружения. Линию Zn 210,442 нм функция посчитала выпадающей для данного диапазона концентрации и присвоила ей одну звездочку степени надежности. Результаты анализа, полученные по этой линии, были бы ненадежными.

| Element Label | Wavelength | Rating | Concentration | Intensity | Background |
|---------------|------------|--------|---------------|-----------|------------|
| Zn | 213.857 | 1 | 1.24E+013 | 1271079.2 | 7779.0 |
| | 206.200 | 2 | 1.11E+013 | 1062096.4 | 4446.7 |
| | 206.200 | 2 | 1.29E+013 | 122105.7 | 2018.0 |
| | 334.502 | 5 | 1.22E+013 | 35248.5 | 10179.2 |
| | 334.502 | 5 | 1.29E+013 | 9151.0 | 4649.9 |
| | 210.442 | 3 | 1.83E+013 | 2057.0 | 2477.1 |
| | 202.548 | 1 | 1.18E+013 | 5433.8 | 2025.0 |

1
Аналит: Zn (213,857)
Надежность: очень низкая
Помехи: Fe (213,859)
Надежность: очень высокая

2
Аналит: Zn (202,548)
Надежность: очень низкая
Помехи: Cu (202,549)
Надежность: очень высокая

3
Аналит: Zn (210,442)
Надежность: очень низкая
Выпадающий результат

Рис. 1. Система ранжирования IntelliQuant по результатам анализа данных присваивает различным длинам волн испускаемого излучения каждого элемента различные степени надежности. Нажав на вопросительный знак «?», можно узнать причину, по которой линии была присвоена низкая степень надежности.

Зависящий от загрузки график технического обслуживания

Анализ проб сложного состава, таких как промышленные отходы, может повлиять на нагрузку на систему ввода проб ИСП-ОЭС. Это может привести к снижению аналитических характеристик, повышению затрат на расходные материалы и незапланированным остановкам прибора. Планирование технического обслуживания в зависимости от числа обработанных проб без учета продолжительности работы прибора позволяет снизить это негативное влияние.

www.agilent.com/chem

Информация может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2019
Напечатано в США 10 ноября 2019 г.
5994-1479RU

Спектрометры Agilent 5800 и Agilent 5900 включают в себя систему заблаговременного оповещения о необходимости проведения профилактического обслуживания (EMF), которая позволяет пользователю настроить оповещения, предупреждающие о необходимости выполнить техническое обслуживание после определенного числа проанализированных проб. Система способна автоматически задавать рекомендованные параметры оповещений для определенных типов проб. В результате при анализе проб сложного состава техническое обслуживание прибора будет проводиться чаще, что позволит обеспечить стабильно хорошие аналитические характеристики.

Автоматический поиск выпадающих результатов

Для оценки качества данных полезно сравнить результаты, полученные для различных длин волн одного и того же элемента. Функция условного поиска выпадающих результатов (OCF) делает именно это.

Функция OCF обнаружила, что различия в результатах для трех разных длин волн свинца превышают заданный порог точности. Результаты были помечены для последующей проверки (см. рис. 2).

Так как для одного элемента были получены три немного отличающихся результата, один из них был выбран для включения в отчет при помощи функции IntelliQuant. В данном случае эмиссионной линии свинца 220,353 нм алгоритм IntelliQuant присвоил наивысшую степень надежности, поэтому этот результат был признан наиболее точным.

| Solution Label | Outlier Summary | Pb 220.353 nm ppm | Pb 283.305 nm ppm | Pb 405.781 nm ppm |
|----------------|-----------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Sample 1 | F | 184.5 | 390.0 | 206.5 |
| Sample 2 | F | 4799.4 | 5512.0 | 5402.1 |
| Sample 3 | F | 466.5 | 1251.5 | 502.4 |
| Sample 4 | F | 374.7 | 603.1 | 427.3 |
| Sample 5 | F | 480.0 | 1265.6 | 504.4 |
| Sample 6 | F | 4890.5 | 5625.9 | 5511.1 |

Рис. 2. Все шесть результатов помечены флажками в столбце «Выпадающие значения». Это сообщает химику о том, что концентрации свинца для разных длин волн были различными.