

Analyse industrieller Abfallproben mithilfe des Agilent 5800 VDV ICP-OES

Intelligentes Instrumentarium für betriebliche und analytische Erkenntnisse

Analyse komplexer Probenaufschlüsse

Die chinesische Standardmethode HJ 781-2015 beschreibt die Vorgehensweise für die Bestimmung von 22 Elementen in Festabfallproben, die in einem Aufschlussverfahren vorbereitet werden, das vier Säuren und eine Mikrowellenbehandlung beinhaltet. Nach einem solch komplexen Probenaufschluss liegen häufig Elemente vor, auf die die Methode nicht abzielt. Diese zusätzlichen (und häufig unbekannten) Elemente können zu spektralen Störungen führen, wenn ihre Anwesenheit nicht berücksichtigt wird. Spektrale Störungen können fehlerhafte Ergebnisse verursachen und die Wiederholungsmessung der Probe erfordern, wodurch Zeit verschwendet wird.

Die Agilent IntelliQuant-Funktion erkennt automatisch mögliche spektrale Störungen und unerwartete Elemente und liefert wertvolle Erkenntnisse zur Probenzusammensetzung. IntelliQuant kann innerhalb von Sekunden bis zu 70 Elemente in einer Probe identifizieren. Die erhaltenen Daten können gefiltert werden, so dass nur die relevanten Ergebnisse (Elemente) angezeigt werden.

In dieser Studie wurde die Geräteleistung für die Analyse von industriellem Abfall (NIST SRM 2782) gezeigt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt. Es wurden Wiederfindungsraten von 100 ± 10 % erzielt.

Tabelle 1: Ergebnisse für neun von 22 in NIST SRM 2782 enthaltenen Elementen, gemessen auf einem Agilent 5800 ICP-OES unter Verwendung einer Methode, die mit dem chinesischen Standard HJ 781-2015 konform ist. Die vollständige Liste der Ergebnisse ist im Agilent Dokument mit der Nummer 5994-1542 enthalten.

Element und Wellenlänge (nm)	MDL (mg/kg)	MDL-Spezifikation nach HJ 781 (mg/kg)	Messung SRM (mg/kg)	Erwarteter Wert (mg/kg)	SRM Wiederfindung (%)
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	2690	2594	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	1200	1254	96

Erkenntnisse über die Probe mit IntelliQuant

Die Anwendung der Agilent IntelliQuant-Funktion war hilfreich für die hervorragenden, bei der Analyse des SRM erzielten Wiederfindungen. Die Methode HJ-781 gibt für die Messung von Zn drei mögliche Emissionslinien an: 213,857 nm, 202,548 nm und 206,200 nm. Ein Scan des Aufschlusses des Industrieabfall-SRM mit IntelliQuant zeigte Störungen für zwei der drei Linien (213,857 und 202,548 nm), was durch die Zuverlässigkeitsbewertung mit nur einem Stern in Abbildung 1, den IntelliQuant für diese Linien vergab, angezeigt wird. IntelliQuant gab fünf andere mögliche Wellenlängen für die Analyse von Zn an (wie in Abbildung 1 gezeigt). Eine der Wellenlängen, die in Methode HJ-781 genannt sind, nämlich Zn 206,200 nm, sowie Zn 334,502 nm erhielten die höchste Zuverlässigkeitsbewertung (fünf Sterne). Die Linie für Zn bei 206,200 nm erwies sich als empfindlicher als die bei 334,502 nm und bietet daher eine bessere Nachweisgrenze. Die Linie für Zn bei 210,442 nm wurde als Konzentrationsausreißer betrachtet und erhielt eine Bewertung mit nur einem Stern. Analytische Ergebnisse, die unter Verwendung dieser Wellenlänge erzielt werden, wären unzuverlässig.

Element Used	Steps	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background	
Pb		213.857	1	1.04E+013	127.179.2	1779.3	1
		202.548	2	1.11E+013	106.296.4	4486.7	2
		206.200	5	1.09E+013	122.155.7	2018.9	3
		334.502	5	1.22E+013	352.48.2	10179.2	
		336.718	5	1.20E+013	91.63.8	6949.9	
		210.442	3	1.03E+013	309.70.0	1477.3	
		207.908	5	1.10E+013	146.63.8	2105.1	

1 Analyt: Zn(213,857)
Zuverlässigkeit: sehr gering
Störung: Fe(213,859)
Zuverlässigkeit: sehr groß

2 Analyt: Zn(202,548)
Zuverlässigkeit: sehr gering
Störung: Cu(202,549)
Zuverlässigkeit: sehr groß

3 Analyt: Zn(210,442)
Zuverlässigkeit: sehr gering
Konzentrationsausreißer

Abbildung 1: Das IntelliQuant-Bewertungssystem mit Sternen verwendet Datenanalysen, um die verschiedenen Emissionswellenlängen eines Elements zu bewerten. Durch Klicken auf das Fragezeichen werden die Gründe für eine schlechte Bewertung einer Wellenlänge angezeigt.

Festlegung des Gerätewartungsplans aufgrund der Probenzahl

Die Analyse komplexer Proben wie beispielsweise industrielle Abfallproben können eine Belastung für das Probenaufgabesystem des ICP-OES sein. Es kann dadurch zur Verschlechterung der Analyseleistung, zu hohen Kosten für Verschleißteile und zu ungeplanten Ausfallzeiten des Geräts kommen. Die Planung der Wartungsmaßnahmen nach der Anzahl der gemessenen Lösungen, nicht nach der verstrichenen Zeit, kann diese Einflüsse reduzieren.

www.agilent.com/chem

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Gedruckt in den USA, 10. November 2019
5994-1479DEE

Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte verfügen über ein System zur Meldung vorbeugender Wartungen (Early Maintenance Feedback, EMF) mit dem der Benutzer einen Alarm einstellen kann, der nach einer bestimmten Anzahl von Proben auf eine fällige Wartung hinweist. Empfohlene Alarmeinstellungen für bestimmte Probentypen können automatisch erstellt werden. Dieses Vorgehen führt bei der Messung komplexer Proben zu einer häufigeren Gerätewartung und stellt so gute Analyseleistungen sicher.

Automatische Markierung von Ausreißerergebnissen

Um die Qualität der analytischen Daten zu beurteilen, war es nützlich, die bei unterschiedlichen Wellenlängen für dasselbe Element erhaltenen Ergebnisse zu vergleichen. Dazu wurde die Software Outlier Conditional Formatting (OCF) verwendet.

Die OCF-Funktion ergab, dass die Abweichung zwischen den bei den drei Wellenlängen für Pb erhaltenen Ergebnissen den für die Präzision festgelegten Schwellenwert überschreitet. Die Ergebnisse wurden für eine Überprüfung markiert (Abbildung 2).

Bei drei leicht unterschiedlichen Ergebnissen für dasselbe Element wurde IntelliQuant zur Auswahl des Ergebnisses für den Bericht verwendet. In diesem Fall erhielt die Emissionslinie für Pb bei 220,353 nm die beste Zuverlässigkeitsbewertung des IntelliQuant-Algorithmus, so dass dieses Ergebnis als das genaueste angesehen wurde.

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

Abbildung 2: Alle sechs Ergebnisse waren in der Ausreißerspalte markiert. Das informiert den Analytiker darüber, dass eine Abweichung zwischen den bei unterschiedlichen Wellenlängen bestimmten Pb-Konzentrationen vorliegt.