

Análisis de muestras de residuos industriales con el sistema ICP-OES Agilent 5800 VDV

Herramientas inteligentes para obtener información operativa y sobre las muestras

Análisis de muestras de digestiones complejas

El método chino HJ 781-2015 describe el procedimiento para la determinación de 22 elementos en muestras de residuos sólidos, preparadas usando un programa de digestión por microondas con cuatro ácidos. Estas digestiones de muestras tan complejas a menudo contienen elementos no buscados en el método. Estos elementos adicionales (a menudo desconocidos) pueden producir interferencias espectrales si no se tiene en cuenta su presencia. Las interferencias espectrales pueden producir resultados erróneos y obligar a la repetición de la medida de las muestras, con la consiguiente pérdida de tiempo.

La función IntelliQuant de Agilent identifica automáticamente las interferencias espectrales probables y los elementos inesperados, con lo que se proporciona una valiosa información sobre la composición de la muestra. IntelliQuant puede identificar hasta 70 elementos de una muestra en cuestión de segundos. Los datos resultantes se pueden filtrar y mostrar solo los resultados (elementos) que sean de interés.

En este estudio se ha demostrado el rendimiento del instrumento analizando residuos industriales NIST SRM 2782. Los resultados se muestran en la Tabla 1. Se consiguieron recuperaciones dentro de un ± 10 %.

Tabla 1. Resultados para nueve de los 22 elementos medidos para NIST SRM 2782, usando un método conforme con la norma china HJ 781-2015, en un sistema ICP-OES Agilent 5800. La lista completa de resultados está disponible en el documento de Agilent número 5994-1542.

Elemento y longitud de onda (nm)	MDL (mg/kg)	Especificación HJ 781 MDL (mg/kg)	SRM medido (mg/kg)	Esperado (mg/kg)	SRM Recuperación (%)
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	267000	269000	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	1254	96

Información sobre la muestra con IntelliQuant

El uso de la función IntelliQuant de Agilent ayudó a conseguir las excelentes recuperaciones que se obtienen para el análisis SRM. El método HJ-781 especifica tres posibles líneas de emisión de Zn que usar: 213,857, 202,548 y 206,200 nm. Un barrido de las digestiones SRM de residuos industriales, con IntelliQuant, identificó interferencias en dos de estas líneas (213,857 y 202,548 nm), como se indica mediante la calificación de confianza de una estrella que IntelliQuant asignó a estas líneas en la Figura 1. IntelliQuant sugirió otras cinco posibles longitudes de onda que usar para el análisis de Zn (como se muestra en la Figura 1). Una de las longitudes de onda especificadas en el método, Zn 206,200 nm, así como Zn 334,502 nm, obtuvieron la máxima calificación de confianza (cinco estrellas). Sin embargo, Zn 206,200 nm se identificó como más sensible que 334,502 nm y, en consecuencia, proporciona un mejor límite de detección. Zn 210,442 se consideró un valor atípico de concentración, por lo que obtuvo una calificación de una sola estrella. Los resultados analíticos generados con esta longitud de onda serían poco fiables.

Element Used	Steps	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background	
Pb		213.857	1	1.04E+003	127.1779.2	7779.3	1
		202.548	2	1.11E+003	106.2096.4	4446.7	
		206.200	5	1.09E+003	122.155.7	2018.8	
		334.502	5	1.22E+003	352.445.2	10179.2	
		336.718	5	1.20E+003	91.61.8	6949.9	
		210.442	3	1.03E+003	209.710	1477.3	2
		207.908	5	1.10E+003	546.8.8	21625.2	

Analito: Zn (213,857)
Confianza: muy débil
Interferencias: Fe (213,859)
Confianza: muy fuerte

Analito: Zn (202,548)
Confianza: muy débil
Interferencias: Cu (202,549)
Confianza: muy fuerte

Analito: Zn (210,442)
Confianza: muy débil
Valor atípico de concentración

Figura 1. El sistema de clasificación por estrellas de IntelliQuant usa el análisis de datos para clasificar diferentes longitudes de onda de emisión para el mismo elemento. Cuando se hace clic en el símbolo "?" se muestran los motivos para la mala calificación de una longitud de onda.

Programa de mantenimiento de instrumentos determinado por la carga de la muestra

El análisis de muestras complejas, como los residuos industriales, puede resultar complejo en el sistema de introducción de muestras de un ICP-OES. Esto puede reducir el rendimiento analítico, aumentar los costes en consumibles y provocar un tiempo de inactividad de los instrumentos no planificado. La programación de tareas de mantenimiento de acuerdo con el número de soluciones medido, en lugar de por el tiempo transcurrido, puede reducir estos problemas.

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE. UU., 10 de noviembre de 2019
5994-1479ES

Los instrumentos Agilent 5800 y 5900 tienen una función de mantenimiento preventivo asistido (EMF) que permite al usuario configurar una alerta para solicitar el mantenimiento al cabo de un número de muestras especificado.

La configuración recomendada de alertas para tipos de muestras específicos puede generarse automáticamente. Esto provocará un frecuente mantenimiento del instrumento cuando se miden muestras complejas, con lo que se asegurará un buen rendimiento analítico continuado.

Destaque automáticamente los resultados atípicos

Para evaluar la calidad de los datos analíticos, resultó útil comparar los resultados obtenidos desde diferentes longitudes de onda para el mismo elemento. Para ello se usó la función de software Outlier Conditional Formatting (OCF).

Esta función encontró que la diferencia entre los resultados obtenidos con las tres longitudes de onda del Pb superó el umbral de precisión especificado. Los resultados se marcaron para su revisión (Figura 2).

Con tres resultados ligeramente diferentes para el mismo elemento, se usó IntelliQuant para identificar el resultado que debe aparecer en el informe. En este caso, el algoritmo de IntelliQuant concedió a la línea de emisión Pb 220,353 nm la mayor calificación de confianza, por lo que este resultado fue considerado como el más preciso.

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

Figura 2. Los seis resultados aparecieron marcados en la columna Resumen de valores atípicos. Esto informa al analista que existe una diferencia en la concentración de Pb determinada usando las diferentes longitudes de onda.