

Analyse d'échantillons de déchets industriels à l'aide de l'ICP-OES Agilent 5800 VDV

Des outils intelligents pour le contrôle opérationnel et l'expertise d'échantillons

Analyse de minéralisats d'échantillons complexes

La méthode chinoise HJ 781-2015 décrit la procédure permettant de déterminer 22 éléments présents dans des échantillons de déchets solides, préparés à l'aide d'un programme de minéralisation par micro-ondes à quatre acides. De tels minéralisats d'échantillons complexes contiennent souvent des éléments qui ne sont pas ciblés dans la méthode. Ces éléments supplémentaires (et souvent inconnus) peuvent générer des interférences spectrales si leur présence n'est pas prise en compte. Les interférences spectrales peuvent engendrer des résultats erronés et obliger à remesurer des échantillons, entraînant alors une perte de temps.

La fonction IntelliQuant d'Agilent identifie automatiquement les interférences spectrales probables et les éléments inattendus, ce qui permet de mieux comprendre la composition d'un échantillon. IntelliQuant peut identifier jusqu'à 70 éléments dans un échantillon en quelques secondes. Les données obtenues peuvent être filtrées pour ne montrer que les résultats (éléments) qui vous intéressent.

Dans cette étude, les performances de l'instrument ont été démontrées en analysant le déchet industrie NIST SRM 2782. Les résultats sont présentés dans le Tableau 1. Un recouvrement à $\pm 10\%$ a été atteint.

Tableau 1. Résultats de neuf des 22 éléments mesurés pour le NIST SRM 2782, à l'aide d'une méthode compatible avec la norme chinoise HJ 781-2015 sur un ICP-OES Agilent 5800. La liste complète des résultats est disponible dans le document Agilent N° 5994-1542.

Élément et longueur d'onde (nm)	MDL (mg/kg)	Spécifications HJ 781 MDL (mg/kg)	SRM mesuré (mg/kg)	Attendu (mg/kg)	SRM Recouvrement (%)
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

L'expertise des échantillons grâce à l'IntelliQuant

L'utilisation de la fonction IntelliQuant d'Agilent a aidé à obtenir des recouvrements excellents pour l'analyse du SRM. La méthode HJ-781 définit trois raies d'émission du Zn possibles à utiliser : 213,857, 202,548 et 206,200 nm. Un scan des minéralisats de SRM de déchets industriels, à l'aide d'IntelliQuant, a identifié les interférences de deux de ces raies (213,857 et 202,548 nm), comme indiqué par le niveau de confiance d'une étoile qu'IntelliQuant a attribué à ces raies sur la Figure 1. IntelliQuant a suggéré cinq autres longueurs d'onde possibles à utiliser pour l'analyse du Zn (comme illustré sur la Figure 1). Le niveau de confiance le plus élevé (cinq étoiles) a été attribué à une des longueurs d'onde spécifiées dans la méthode, Zn 206,200 nm, ainsi qu'à Zn 334,502 nm. Cependant, la longueur d'onde Zn 206,200 nm a été identifiée comme étant plus sensible que la longueur d'onde à 334,502 nm. Elle offrirait ainsi une meilleure limite de détection. Zn 210,442 a été jugée comme donnant une concentration aberrante et n'a reçu qu'une étoile. Des résultats analytiques générés en utilisant cette longueur d'onde ne seraient pas fiables.

Element	Wavelength	Rating	Composition	Intensity	Background
Zn	213.857	1	Composé : Zn (213,857) Confiance : très faible Interférences : Fe (213,859) Confiance : très élevée	1.24E+001	1.21E+002
	202.548	2	Composé : Zn (202,548) Confiance : très faible Interférences : Cu (202,549) Confiance : très élevée	1.11E+001	1.06E+002
	206.200	5	Composé : Zn (206,200) Confiance : très élevée	1.09E+002	9.92E+001
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
	334.502	5	Composé : Zn (334,502) Confiance : très élevée	1.22E+002	3.52E+002
Pb	220.353	5	Composé : Pb (220,353) Confiance : très élevée	1.13E+001	3.07E+001
	283.305	5	Composé : Pb (283,305) Confiance : très élevée	1.13E+001	3.07E+001

Figure 1. Le système de classement par étoiles de l'IntelliQuant utilise l'analyse de données pour classer différentes longueurs d'onde d'émission pour le même élément. En cliquant sur le symbole « ? », les raisons du mauvais classement d'une longueur d'onde s'affichent.

Calendrier de maintenance de l'instrument déterminé par la charge en échantillons

L'analyse d'échantillons complexes, tels que des déchets industriels, peut être problématique pour le système d'introduction d'échantillon d'un ICP-OES. Elle peut entraîner une perte de performance analytique, des coûts de consommables élevés et une indisponibilité de l'instrument inattendue. La planification de tâches de maintenance en fonction du nombre de solutions analysées, plutôt que du temps écoulé, peut réduire ces impacts.

www.agilent.com/chem

Ces renseignements peuvent être modifiés sans préavis.

Les instruments Agilent 5800 et 5900 disposent d'une fonction d'informations relatives à la maintenance prévisionnelle Early Maintenance Feedback (EMF) qui permet à l'utilisateur de configurer une alerte l'invitant à une maintenance après un nombre défini d'échantillons. Il est possible de générer automatiquement les paramètres d'alertes recommandées pour des types d'échantillons spécifiques. Cela se traduit par une maintenance de l'instrument plus fréquente lors de la mesure d'échantillons complexes, garantissant ainsi de bonnes performances analytiques.

Signalement automatique des résultats aberrants

Afin d'évaluer la qualité des données analytiques, il était utile de comparer les résultats obtenus à partir de différentes longueurs d'onde pour le même élément. Pour cela, la fonction logicielle OCF (Formatage conditionnel de valeurs aberrantes) a été utilisée.

La fonction OCF a constaté que la différence entre les résultats obtenus à l'aide des trois longueurs d'onde du Pb dépassait le seuil de fidélité spécifié. Les résultats ont été marqués pour être vérifiés (Figure 2).

Avec trois résultats légèrement différents pour le même élément, IntelliQuant a été utilisé pour identifier le résultat à retenir. Dans ce cas, l'algorithme IntelliQuant a attribué le niveau de confiance maximal à la raie d'émission du Pb 220,353 nm, indiquant ainsi ce résultat comme étant le plus juste.

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

Figure 2. Les six résultats ont été marqués dans la colonne « Outlier Summary » [Résumé des valeurs aberrantes]. Cela permet d'informer l'analyste qu'il y a une différence dans la concentration de Pb déterminée à l'aide des différentes longueurs d'onde.