

Analisi di campioni di rifiuti industriali con il sistema ICP-OES Agilent 5800 VDV

Strumenti intelligenti per acquisire preziose informazioni operative e sull'introduzione dei campioni

Analisi di campioni complessi mineralizzati

Il metodo cinese HJ 781-2015 delinea la procedura di determinazione di 22 elementi in campioni di rifiuti solidi preparati impiegando un programma di digestione a microonde con quattro acidi. Tali campioni complessi mineralizzati spesso contengono elementi che non rientrano tra i target del metodo. Questi elementi extra (e spesso incogniti) possono dare origine a interferenza spettrale qualora non si tenga conto della loro presenza. L'interferenza spettrale può produrre errori nei risultati e costringere a ripetere la misura sui campioni, con conseguenti perdite di tempo.

La funzione IntelliQuant di Agilent individua automaticamente le probabili interferenze spettrali e gli elementi inattesi, fornendo informazioni preziose sulla composizione del campione. IntelliQuant è in grado di identificare in pochi secondi fino a 70 elementi presenti in un campione. I dati risultanti possono essere filtrati in modo da visualizzare soltanto i risultati (gli elementi) di interesse.

Nel presente studio, la prestazione dello strumento è stata comprovata tramite l'analisi del materiale di riferimento standard (SRM) NIST 2782 per l'analisi di rifiuti industriali. I risultati sono riportati in Tabella 1. I recuperi ottenuti rientrano nell'intervallo $\pm 10\%$.

Tabella 1. Risultati ottenuti su un sistema ICP-OES Agilent 5800 per nove dei 22 elementi misurati per l'SRM NIST 2782 utilizzando un metodo conforme allo standard cinese HJ 781-2015. L'elenco completo dei risultati è disponibile nel documento Agilent codice 5994-1542.

Elemento e lunghezza d'onda (nm)	MDL (mg/kg)	Specifica MDL HJ 781 (mg/kg)	SRM misurato (mg/kg)	Atteso (mg/kg)	Recupero SRM (%)
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

IntelliQuant: informazioni preziose sui campioni

La funzione IntelliQuant di Agilent è stata di ausilio per raggiungere gli eccellenti valori di recupero ottenuti nell'analisi SRM. Il metodo HJ-781 prescrive l'uso di tre possibili righe di emissione dello Zn: 213,857, 202,548 e 206,200 nm. La scansione dei digeriti SRM di rifiuti industriali eseguita con IntelliQuant ha permesso di individuare interferenze su due di queste righe (213,857 e 202,548 nm), come indicato dalla classificazione a una sola stella assegnata da IntelliQuant alla confidenza per le righe in questione (Figura 1). IntelliQuant ha suggerito altre cinque possibili lunghezze d'onda da impiegare nell'analisi dello Zn (come mostrato in Figura 1). A una delle lunghezze d'onda previste dal metodo (Zn a 206,200 nm), così come alla lunghezza d'onda Zn a 334,502 nm, è stato assegnato il massimo punteggio di confidenza (cinque stelle). La riga dello Zn a 206,200 nm, tuttavia, è stata ritenuta più sensibile rispetto alla riga a 334,502 nm e permetterebbe quindi di ottenere un miglior limite di rilevabilità. La riga Zn 210,442 è stata considerata produrre un valore anomalo di concentrazione e le è stata assegnata una sola stella. I risultati analitici ottenuti con questa lunghezza d'onda sarebbero privi di affidabilità.

Element Used	Steps	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background	
Pb		213.857	1	1.04E+010	1212179.2	1779.3	1
		202.548	2	1.11E+011	1062096.4	4486.7	
		206.200	5	1.09E+012	1221155.7	2018.9	
		334.502	5	1.22E+012	352448.2	10179.2	2
		336.718	5	1.26E+012	9113.8	6949.9	
		210.442	3	1.01E+011	309170	1477.3	
		207.908	5	1.10E+011	5463.8	2105.1	3

Analita: Zn(213,857)
Confidenza: molto bassa
Interferenze: Fe(213,859)
Confidenza: molto elevata

Analita: Zn(202,548)
Confidenza: molto bassa
Interferenze: Cu(202,549)
Confidenza: molto elevata

Analita: Zn(210,442)
Confidenza: molto bassa
Valore anomalo di concentrazione

Figura 1. Il sistema di classificazione a stelle di IntelliQuant usa strumenti di analitica dei dati per classificare varie lunghezze d'onda dello stesso elemento. Facendo clic sul simbolo "?" vengono visualizzati i motivi per cui una lunghezza d'onda è classificata come inadeguata.

Programma di manutenzione degli strumenti in base al carico di campioni

L'analisi di campioni complessi, quali i rifiuti industriali, può sottoporre a forti sollecitazioni il sistema di introduzione del campione di uno strumento ICP-OES. Le conseguenze possono essere il deterioramento delle prestazioni analitiche, spese ingenti per i prodotti di consumo e tempi di inattività non programmati degli strumenti. Programmando le attività di manutenzione in base al numero di soluzioni misurate, anziché al tempo trascorso dall'ultimo intervento, si possono alleviare le conseguenze di questi problemi.

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Stampato negli Stati Uniti, domenica 10 novembre 2019
5994-14791TE

Gli strumenti Agilent 5800 e 5900 sono dotati di una funzione di avviso di manutenzione preventiva (EMF) che permette all'utilizzatore di impostare un avviso che suggerisce di procedere alla manutenzione una volta analizzato un determinato numero di campioni. Le impostazioni di avviso consigliate per tipologie specifiche di campioni possono essere generate automaticamente. Il risultato sarà una maggiore frequenza della manutenzione dello strumento impiegato per eseguire misure su campioni complessi, a garanzia della continua validità delle prestazioni analitiche.

Segnalazione automatica dei risultati anomali

Per valutare la qualità dei dati analitici, è stato utile confrontare i risultati ottenuti da lunghezze d'onda diverse per lo stesso elemento. A tale scopo è stata utilizzata la funzione software Outlier Conditional Formatting (OCF) che permette la rilevazione di risultati anomali.

La funzione OCF ha rilevato che la differenza tra i risultati ottenuti impiegando le tre lunghezze d'onda del Pb era superiore alla soglia massima di precisione accettabile. I risultati sono stati contrassegnati per la rilettura da parte dell'utilizzatore (Figura 2).

Avendo ottenuto tre risultati leggermente diversi per lo stesso elemento, è stata utilizzata la funzione IntelliQuant per identificare il risultato da refertare. In questo caso, l'algoritmo IntelliQuant ha assegnato la confidenza più alta alla riga di emissione del Pb a 220,353 nm e, pertanto, questo risultato è stato considerato il più accurato.

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. Tutti i sei risultati sono stati contrassegnati nella colonna Outlier Summary. Ciò segnala all'analista che vi è una differenza nei valori di concentrazione del Pb determinati con le varie lunghezze d'onda.