

使用 Agilent 5800 VDV ICP-OES 分析工业废物样品

用于操作和样品研究的智能工具

分析复杂样品消解物

中国 HJ 781-2015 方法概括了采用四酸微波消解法进行样品前处理的固体废物样品中 22 种元素的测定程序。这种复杂样品消解物中通常包含方法的非靶向元素。如果不考虑这些额外元素（通常是未知元素）的存在，则可能导致光谱干扰。光谱干扰可能导致结果错误并迫使样品重新测量，从而造成时间浪费。

安捷伦的 IntelliQuant 功能可自动识别可能的光谱干扰和未知元素，为样品组成提供有价值的见解。IntelliQuant 可在数秒钟内完成样品中多达 70 种元素的鉴定。可以过滤结果数据，仅显示感兴趣的结果（元素）。

在本研究中，通过对工业废物 NIST SRM 2782 的分析，验证了仪器的性能。结果如表 1 所示。获得的回收率在 $\pm 10\%$ 范围内。

表 1. 采用符合中国标准 HJ 781-2015 的方法，在 Agilent 5800 ICP-OES 上对 NIST SRM 2782 中 22 种元素中的 9 种进行测量的结果。结果的完整列表请参阅安捷伦文档（出版号 5994-1542）

元素与波长 (nm)	MDL (mg/kg)	HJ 781 MDL 指标 (mg/kg)	SRM 测定 值 (mg/kg)	预测值 (mg/kg)	SRM 回收率 (%)
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	1200	1254	96

使用 IntelliQuant 进行样品研究

Agilent IntelliQuant 功能的使用有助于实现 SRM 分析的出色回收率。HJ-781 方法规定了三种可能使用的锌发射谱线：213.857、202.548 和 206.200 nm。使用 IntelliQuant 对工业废物 SRM 消解物进行扫描，鉴定出其中两条谱线（213.857 和 202.548 nm）受到干扰，图 1 中 IntelliQuant 对这些谱线给出了一星可信度评级。IntelliQuant 建议使用其他 5 个可能的波长来分析 Zn（如图 1 所示）。对方法中指定的其中一个波长 Zn 206.200 nm 和 Zn 334.502 nm 给出了最高的可信度评级（五星）。然而，在 Zn 206.200 nm 下可实现比 334.502 nm 更高的灵敏度，因此可以提供更佳检测限。Zn 210.442 被视为浓度异常值，仅获得一星评级。使用该波长获得的分析结果不可靠。

Element Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background	
Zn		213.857	★ 1 ?	1.24E+003	1212579.2	7775.5	1
		202.548	★ 2 ?	1.15E+003	1062096.4	4446.7	
		206.200	★★★★★	1.09E+003	522555.7	2818.9	
		334.502	★★★★★	1.23E+003	35244.5	18179.2	
		330.258	★★★★	1.20E+003	5132.0	6640.6	
		210.442	★ 3 ?	1.63E+003	2057.0	2477.1	2
		207.908	★★★	1.10E+003	1462.8	2650.0	
							3

分析物: Zn (213.857)
可信度: 非常低
干扰物质: Fe (213.859)
可信度: 非常高

分析物: Zn (202.548)
可信度: 非常低
干扰物质: Cu (202.549)
可信度: 非常高

分析物: Zn (210.442)
可信度: 非常低
浓度异常值

图 1. IntelliQuant 星级评定系统使用数据分析对同一元素的不同发射波长进行排名。单击“?”符号即可显示波长评级不佳的原因

仪器维护计划由样品载量决定

使用 ICP-OES 样品引入系统难以对工业废物等复杂样品进行分析。这可能导致分析性能降低、消耗品成本高昂以及计划外的仪器停机。根据测量的溶液数量而非运行时间来计划维护任务，可降低这些影响。

Agilent 5800 和 5900 仪器拥有早期维护反馈 (EMF) 功能，允许用户在指定的样品数量之后设置警报以提示维护。可以自动生成针对特定样品类型的建议警报设置。在测量复杂样品时，这将造成更为频繁的仪器维护，从而确保持续出色的分析性能。

自动标记异常结果

为评估分析数据的质量，比较不同波长下同一元素获得的结果具有重要意义。使用异常值条件格式 (OCF) 软件功能完成此项操作。

使用该 OCF 功能发现，在三个 Pb 波长下获得的结果之间的差异超过了指定的精度阈值。标记结果以便于审查（图 2）。

同一元素的三个结果略有不同，使用 IntelliQuant 进行结果鉴定并报告。在本例中，IntelliQuant 算法对 220.353 nm Pb 发射谱线给出了最高的可信度评级，因而被视为最准确结果。

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

图 2. 六个样品的所有结果均在“异常值总结”列中标记。这向分析人员表明，使用不同波长测定的 Pb 浓度存在差异

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2019
2019 年 11 月 10 日，中国出版
5994-1479ZHCN

 **Agilent**
Trusted Answers