

Преимущества перехода от пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ПААС) к атомно-эмиссионному спектрометру с микроволновой плазмой (МП-АЭС) Agilent 4210

Обзор технической информации



Введение

Снижение текущих эксплуатационных расходов, повышение уровня безопасности, улучшение аналитических характеристик и повышение простоты в работе — это одни из ключевых задач, которые приходится решать пользователям систем пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ПААС). Появление атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой плазмой (МП-АЭС) компании Agilent позволило решить эти задачи. Этот прибор идеально подходит для лабораторий, стремящихся перейти от ПААС к более мощному, менее затратному и более безопасному методу. Кроме того, благодаря улучшенным рабочим характеристикам системы МП-АЭС процесс пробоподготовки может быть значительно упрощен, что дает возможность сэкономить время и деньги.

Конструкция волновода и горелки прибора МП-АЭС Agilent 4210 позволяют осуществлять анализ проб с высоким содержанием растворенных твердых веществ без ухудшения пределов обнаружения.



Agilent Technologies

Снижение эксплуатационных расходов

Большая часть текущих затрат на спектроскопический анализ базового уровня приходится на газы. В пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии для создания пламени используется смесь воздуха или закиси азота с ацетиленом. Воздух может подаваться воздушным компрессором, но ацетилен и закись азота поставляются в баллонах, и по мере потребления требуется их регулярное пополнение.

В приборе МП-АЭС Agilent 4210 для поддержания плазмы применяется азот, извлекаемый непосредственно из воздуха. Генератор азота Agilent 4107 в сочетании с воздушным компрессором позволяет в полном объеме получить необходимый свободный азот с чистотой более 99,5%. Это позволяет существенно снизить эксплуатационные расходы в течение всего срока службы прибора.

Потенциальное снижение расходов при использовании прибора МП-АЭС Agilent 4210 для определения Ca, Mg, Na и K в фруктовом соке проиллюстрировано посредством сравнения прибора ПААС, приобретенного с воздушным компрессором и годовым запасом расходных материалов, и прибора МП-АЭС, приобретенного с воздушным компрессором, генератором азота, автосамплером Agilent SPS 4 и годовым запасом расходных материалов (рис. 1).

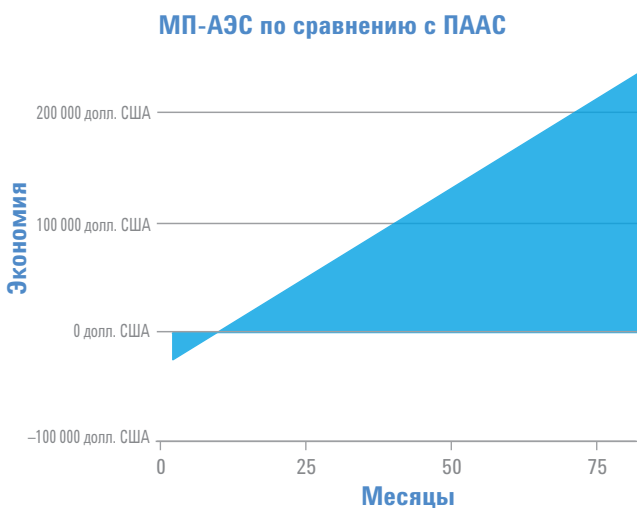


Рис. 1. Онлайн-калькулятор расходов, демонстрирующий экономию при использовании прибора МП-АЭС для определения Ca, Mg, Na и K во фруктовом соке.

¹ Этот пример предназначен для сравнения эксплуатационных расходов и экономии при использовании приборов МП-АЭС и ПААС. Верность применяемых формул и параметров основывается на совокупности имеющихся у нас сведений, но мы не можем гарантировать абсолютной точности результатов. Размер экономии может различаться в зависимости от таких факторов, как местные цены на газы и электричество, затраты на оплату труда оператора, количество и типы определяемых элементов. Для этих расчетов затраты на оплату труда оператора принимались равными 25 долл. США в час, а затраты на электричество — 0,18 долл. США за киловатт-час.

Расчет произведен в предположении, что требуется анализировать 500 проб в неделю, определяя по 4 элемента в каждой пробе.

В расчеты также было заложено, что прибор ПААС работает без автосамплера и что три элемента определяются с использованием смеси воздуха и ацетилена, а еще один элемент — с использованием смеси закиси азота и ацетилена. Этот пример показывает, что экономия расходов составляет более 220 000 долларов США за 7-летний период.¹ В расчетах принималась средняя мировая цена на газы, поэтому результаты могут различаться в зависимости от страны.

Повышенная безопасность

Еще одним значимым вопросом для пользователей приборов ПААС являются соображения безопасности, связанные с использованием ацетилена и закиси азота — от хранения и манипуляций с баллонами до использования пламени в приборе. Наличие открытого огня является предметом беспокойства для всех лабораторий, особенно тех, которые работают с органическими растворителями, поэтому прибор ПААС не должен работать без участия оператора.

При использовании метода ПААС также зачастую приходится менять горелки, чтобы определить полный диапазон элементов. Хотя приборы ПААС компании Agilent снабжены защитой от любых неверных действий, обеспечивая использование только подходящих горелок для соответствующих методик, необходимо соблюдать осторожность при работе с горелками, которые остаются горячими после использования.

Эти проблемы исключаются при использовании прибора МП-АЭС Agilent 4210. Исчезает нужда в ацетилене и закиси азота, а также сложности, связанные с их хранением и манипуляциями с ними. Кроме того, отсутствует необходимость в переключении горелок благодаря повышенной эффективности более высокотемпературной азотной плазмы.

Улучшенные аналитические характеристики

Плазма в приборе МП-АЭС Agilent 4210 поддерживается при температуре около 5000 К, что способствует снижению пределов обнаружения по сравнению с методом ПААС. Улучшение пределов обнаружения означает возможность анализа таких элементов, как фосфор, который в методе ПААС имеет очень высокие пределы обнаружения.

В табл. 1 представлены пределы обнаружения прибора для систем МП-АЭС и ПААС при определении элементов в пробе рисовой муки. Более низкие пределы обнаружения для фосфора, меди и железа дают возможность за одно измерение определять элементы с высокими, низкими и следовыми содержаниями.

Табл. 1. Сравнение типичных пределов обнаружения прибора МП-АЭС Agilent 4210 и прибора ПААС

Элемент	Типичный предел обнаружения прибора Agilent 4210 при десятисекундном интервале сбора данных, мкг/л	Типичный предел обнаружения прибора ПААС, мкг/л
Ca	0,04	0,4
Mg	0,1	0,27
Na	0,1	0,26
K	0,6	0,76
P	66	26 000
Fe	1,7	7,3
Pb	2,5	14
Cu	0,5	1,2
Mn	0,2	1,0

Конструкция волновода и горелки прибора МП-АЭС Agilent 4210 в сочетании с регулятором расхода и системой увлажнения линии подачи газа-распылителя обеспечивают превосходную долговременную стабильность при анализе проб со сложной матрицей, которые часто встречаются в горнодобывающей промышленности и при исследовании окружающей среды. Ввод растворов с высоким содержанием растворенных солей в воздушно-ацетиленовую горелку прибора ПААС в течение продолжительного периода, например 8-часового рабочего дня, требует последующего выполнения технического обслуживания во избежание засорения. Пренебрежение выполнением повседневного технического обслуживания может привести к дрейфу сигнала.

Табл. 2. Линейный динамический диапазон прибора МП-АЭС Agilent 4210 и оптимальный диапазон концентраций приборов ПААС

Элемент	Линейный динамический диапазон прибора МП-АЭС Agilent 4210 (мг/л)	Линейный коэффициент корреляции калибровочной кривой, полученной при использовании прибора МП-АЭС	Оптимальный рабочий диапазон приборов ПААС (мг/л)
Ca 422,673	0–20	0,9999	0,01–10
Mg 518,360	0–100	0,99988	0,15–20 (для линии Mg при 202,6 нм)
Na 589,592	0–20	0,99996	0,01–2,0
K 769,897	0–100	0,99968	1–6,0

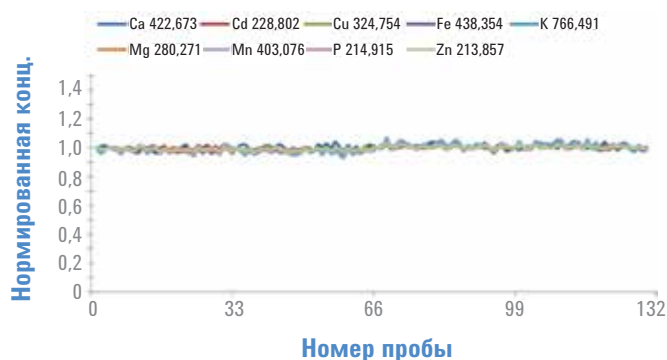


Рис. 2. Расщепленная проба рисовой муки с 2% содержанием растворенных твердых веществ анализировалась в течение 8 часов. Калибровка выполнялась каждые 2 часа, и найденная стабильность характеризовалась относительным стандартным отклонением <3% для всех элементов. Использовалась стандартная универсальная система ввода пробы.

Долговременная стабильность прибора МП-АЭС Agilent 4210 проверялась с помощью раствора расщепленной пробы рисовой муки с 2% содержанием растворенных твердых веществ. Результаты представлены на рис. 2.

Прибор МП-АЭС Agilent 4210 также имеет больший линейный динамический диапазон, чем приборы ПААС. В табл. 2 представлен линейный динамический диапазон и коэффициент корреляции для основных элементов в пробе фруктового сока при анализе с помощью прибора МП-АЭС Agilent 4210. Также показан оптимальный рабочий диапазон приборов ПААС для тех же элементов. В калибровках для пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии по умолчанию используется новая рациональная аппроксимирующая функция New Rational. Больший линейный диапазон приборов МП-АЭС по сравнению с приборами ПААС снижает потребность в разведении для проб с концентрациями вне диапазона, что упрощает анализ. Уменьшение потребности в разведении также означает, что при необходимости определения следовых количеств загрязнителей будет возможно их детектирование. Более того, благодаря улучшенной линейности потребуются меньшее количество калибровочных стандартов для обеспечения точности калибровочной кривой.

Упрощение пробоподготовки

Фактором, в значительной степени влияющим на операции пробоподготовки в методе ПААС, является наличие аналитических интерференций. Присутствие соединений, не распадающихся при низких температурах пламени, ведет к возникновению химических интерференций, а сигналы таких элементов, как Na и K, могут пострадать от ионизационных интерференций.

Существуют различные способы борьбы с этими интерференциями. Часто для преодоления химических интерференций используется добавление таких «освобождающих» агентов, как стронций или лантан, или же может быть использовано более горячее пламя смеси закиси азота и ацетилена. С ионизационными эффектами обычно удается справиться посредством добавления

в раствор ионизационного буфера, например натрия, калия или цезия. Еще одним способом является экстракция целевых элементов в органическую фазу для избавления от порождающих интерференции элементов. В результате необходимо отдельно готовить пробу для определения каждого из содержащихся в ней элементов.

При использовании более горячего плазменного источника прибора МП-АЭС Agilent 4210 эти химические интерференции устраняются. Это означает отсутствие необходимости в требуемой для метода ПААС специальной пробоподготовке для тех или иных определяемых элементов, что существенно упрощает процесс пробоподготовки. В качестве примера ниже представлены элементы, определяемые в анализе фруктового сока, со сравнением пробоподготовки, требуемой для каждого элемента (табл. 3 и 4).

Табл. 3. Типичные требования к пробоподготовке для приборов ПААС и МП-АЭС

Элемент	Возможные химические интерференции	Характерная для метода ПААС пробоподготовка	Характерная для метода МП-АЭС пробоподготовка
Ca	Образование термостойких соединений Ионизационные эффекты	«Освобождающий» агент — лантан Ионизационный буфер — цезий	Нет
Mg	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер — цезий	Нет
Na	Образование термостойких соединений Ионизационные эффекты	«Освобождающий» агент — лантан Ионизационный буфер — цезий	Нет
K	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер — цезий	Нет

Табл. 4. Точность воспроизведения макроэлементов в грейпфрутовом соке при анализе сертифицированных эталонных материалов с помощью МП-АЭС. Подаватель ионизации не потребовался, и при этом была достигнута превосходная точность определения K. Кроме того, не добавлялся нитрат лантана, и при этом для Ca была достигнута превосходная точность воспроизведения эталонных концентраций

Грейпфрутовый сок T08420C	Сертифицированное значение (мг/л)		Обнаружено (мг/л)	Найденное содержание, % от сертифицированного
	Принятое значение	Допустимый диапазон		
Кальций	145,6	123,6–167,6	158,3 ± 3,2	108,7
Магний	92,5	77,5–107,4	91,1 ± 0,6	98,5
Калий	1102	979–1225	1100 ± 14,7	99,8

Выводы

Прибор МП-АЭС Agilent 4210 идеально подходит для заказчиков, которым требуется выполнить переход от пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ПААС) к другому методу. Применение азота в качестве плазмообразующего газа позволяет существенно сократить эксплуатационные расходы. Также существенно повышается уровень безопасности работы за счет отказа от таких опасных веществ, как закись азота и ацетилен. Кроме того, за счет более высокой температуры источника атомизации/ионизации на основе азотной плазмы понижаются пределы обнаружения, расширяется линейный диапазон и повышается долговременная стабильность, а также существенно упрощается процесс пробоподготовки.

www.agilent.com

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и спецификации в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Опубликовано 1 сентября 2016 г.
Номер публикации: 5991-3807RU



Agilent Technologies