

Преимущества перехода от пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ПААС) к атомно-эмиссионному спектрометру с микроволновой плазмой (МП-АЭС) Agilent 4200

Обзор технической информации



Введение

Снижение текущих эксплуатационных расходов, повышение уровня безопасности, улучшение аналитических характеристик и повышение простоты в работе представляют собой 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 может быть значительно упрощен процесс пробоподготовки, что дает возможность сэкономить время и деньги.

Конструкция прибора МП-АЭС второго поколения Agilent 4200 отличается усовершенствованными волноводом и горелкой, подходящей для анализа 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 и ацетилена или закиси азота и ацетилена. Тогда как воздух может подаваться воздушным компрессором, ацетилен и закись азота поставляются в баллонах, и по мере их потребления требуется их регулярное пополнение.

В приборе МП-АЭС Agilent 4200 для поддержания плазмы применяется азот, извлекаемый непосредственно из воздуха. Генератор азота Agilent 4107 в сочетании с воздушным компрессором позволяет получить весь необходимый свободный азот с чистотой более 99,5%. Это позволяет существенно снизить эксплуатационные расходы в течение всего срока службы прибора.

Потенциальная экономия расходов при использовании прибора МП-АЭС Agilent 4200 для определения Ca, Mg, Na и K во фруктовом соке проиллюстрирована 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 3 и годовым запасом расходных материалов (рис. 1).

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 «воздух/ацетилен», а еще один элемент — с использованием смеси «закись азота/ацетилен». Этот пример показывает, что экономия расходов составляет более 220 000 долларов США за 7-летний период¹. В расчетах применялась средняя мировая цена на газы, поэтому результаты могут различаться в зависимости от страны.

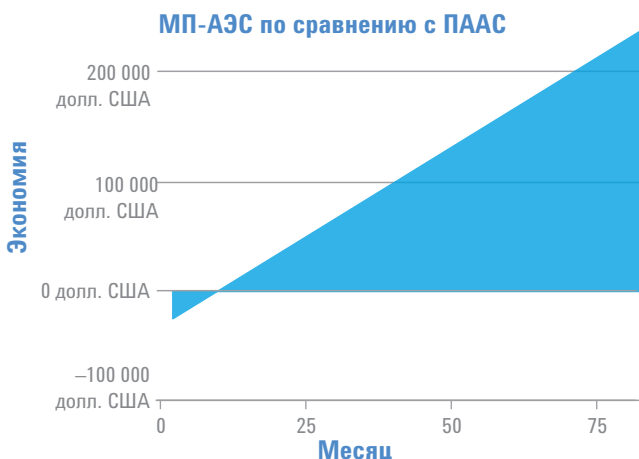


Рис. 1. Онлайн-калькулятор расходов, демонстрирующий экономию расходов при использовании прибора МП-АЭС для определения Ca, Mg, Na и K во фруктовом соке

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 газ и электричество, затраты на оплату труда оператора, количество и типы определяемых элементов. Для этих расчетов затраты на оплату труда оператора принимались равными 25 долларов США в час, а затраты на электричество — 0,18 долларов США за кВт.

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.

Также зачастую приходится менять горелки, чтобы определить полный диапазон элементов при использовании метода ПААС. Хотя приборы ПААС компании Agilent снабжены полной блокировкой от неверных действий, обеспечивая использование 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 4200. Исчезает нужда в ацетилена 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 4200 поддерживается при температуре около 5000 К, что способствует повышению пределов обнаружения по сравнению с методом ПААС. Улучшение предела обнаружения означает возможность анализа таких элементов, как фосфор, который в методе ПААС имеет очень высокие пределы обнаружения.

В таблице 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.

Волновод второго поколения прибора МП-АЭС Agilent 4200 и усовершенствованная конструкция горелки в сочетании с регулятором расхода в линии подачи газа-распылителя обеспечивают превосходную долговременную стабильность при анализе проб со сложной матрицей, что часто встречается в горнодобывающей промышленности и образцах из 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 этого повседневного технического обслуживания может привести к дрейфу сигнала.

Долговременная стабильность прибора МП-АЭС Agilent 4200 проверялась с помощью раствора расщепленной пробы рисовой муки с 2% содержанием растворенных твердых веществ. Результаты представлены на рис. 2.

Прибор МП-АЭС Agilent 4200 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 4200. Также показан оптимальный рабочий диапазон приборов ПААС для тех же элементов. В калибровках для атомно-абсорбционной спектроскопии по умолчанию используется

Таблица 1. Сравнение типичных пределов обнаружения прибора МП-АЭС Agilent 4200 и прибора ПААС

Элемент	Типичный предел обнаружения прибора Agilent 4200 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

новая рациональная аппроксимирующая функция «New Rational». Большой линейный диапазон приборов МП-АЭС по сравнению с приборами ПААС снижает потребность в разведении для проб, превышающих пределы диапазона концентраций, что упрощает анализ. Уменьшение количества разведений также означает, что при необходимости определения следовых количеств загрязнителей будет возможно их детектирование. Более того, улучшенная линейность означает, что для обеспечения точности калибровочной кривой требуется меньшее количество калибровочных стандартов.

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

Таблица 2. Линейный динамический диапазон прибора МП-АЭС Agilent 4200 и оптимальный диапазон концентраций приборов ПААС

Элемент	Линейный динамический диапазон прибора МП-АЭС Agilent 4200 (мг/л)	Линейный коэффициент корреляции калибровочной кривой, полученной при использовании прибора МП-АЭС	Оптимальный рабочий диапазон приборов ПААС (мг/л)
Ca, 422,673 нм	0–20	0,9999	0,01–10
Mg, 518,360 нм	0–100	0,99988	0,15–20 (для линии Mg при 202,6 нм)
Na, 589,592 нм	0–20	0,99996	0,01–2,0
K, 769,897 нм	0–100	0,99968	1–6,0

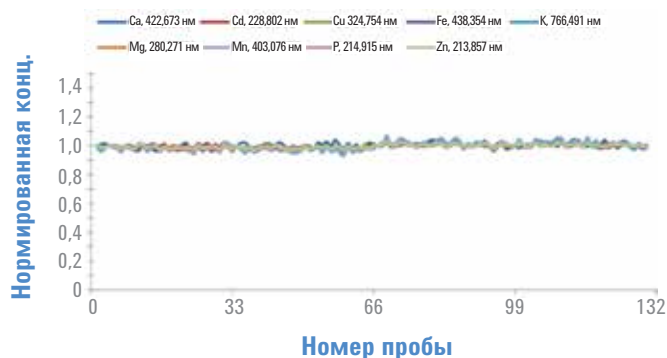


Рис. 2. Расщепленная проба рисовой муки с 2% содержанием растворенных твердых веществ анализировалась в течение 8 часов. Калибровка выполнялась каждые 2 часа, и найденная стабильность характеризовалась относительным стандартным отклонением < 3% для всех элементов. Использовалась стандартная универсальная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

пострадать от ионизационных интерференций.

Существуют различные стратегии борьбы с этими интерференциями. Часто для преодоления химических интерференций используется добавление таких «освобождающих» агентов, как стронций или лантан, или же может использоваться более горячее пламя смеси закись азота ацетилен. С ионизационными эффектами обычно удается справиться посредством добавления в раствор ионизационного буфера, например натрия, калия или цезия. Еще одной стратегией является экстракция целевых элементов в органическую фазу для избавления от порождающих интерференции элементов. В результате необходимо индивидуально подготовить пробу для определения каждого из содержащихся в ней элементов.

При использовании более горячего плазменного источника прибора МП-АЭС Agilent 4200 эти химические интерференции устраняются. Это означает отсутствие необходимости в требуемой для метода ПААС особой пробоподготовке для тех или иных определяемых элементов, что существенно упрощает процесс пробоподготовки. В качестве примера ниже представлены элементы, определяемые в фруктовом соке, со сравнением пробоподготовки, требуемой для каждого элемента (табл. 3 и 4).

Выводы

Прибор МП-АЭС Agilent 4200 идеально подходит для заказчиков, которым требуется выполнить переход от пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС) к другому методу. Применение азота в качестве исходного газа для плазмы 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 повышаются пределы обнаружения, расширяется линейный диапазон и повышается долговременная стабильность, а также существенно упрощается процесс пробоподготовки.

Таблица 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
Са	Образование термостойких соединений	«Освобождающий» агент—лантан	Нет
	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер—цезий	
Mg	Образование термостойких соединений	«Освобождающий» агент—лантан	Нет
	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер—цезий	
Na	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер—цезий	Нет
K	Ионизационные эффекты	Ионизационный буфер—цезий	Нет

Таблица 4. Основные элементы в грейпфрутовом соке. Подавитель ионизации не потребовался, и была достигнута превосходная точность определения К. Кроме того, не добавлялся нитрат лантана и для Са была достигнута превосходная точность воспроизведения эталонных концентраций

Грейпфрутовый сок T08420С	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

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., 2013
Напечатано 19 декабря 2013 г.
Номер публикации: 5991-3807RU



Agilent Technologies