

Agilent 4210 MP-AES 用于快速测定地质样品中的金

应用简报

金属、采矿和地球化学

作者

Kayla Coombs

安捷伦科技公司
澳大利亚



前言

准确、可重现性地测定地质样品中的金对贵金属生产的相关公司和提供支持的实验室至关重要。由于分析的样品数量大，每个样品的成本和分析时间也是选择最适合的分析技术的重要考虑因素。

含有贵金属的地质样品通常采用火试金法制备，然后用火焰原子吸收光谱 (FAAS) 或电感耦合等离子体光学发射光谱 (ICP-OES) 进行分析。FAAS 需要使用昂贵的乙炔和一氧化二氮气体，这些气体在偏远的采矿

区域很难供应。相比之下，微波等离子体原子发射光谱仪（如 Agilent 4210 MP-AES）使用基于氮气的等离子体，它可通过杜瓦瓶氮气或氮气发生器从空气中提取的氮气来维持。与 FAAS 相比，Agilent 4210 MP-AES 无需使用昂贵的、可燃性气体，确保成本更经济实惠，分析更安全。此外，MP-AES 的等离子体激发源温度更高 (5000 K)，可提供比 FAAS 更高的基体耐受性、更宽的线性动态范围和更低的检测限，扩展了应用范围。

4210 MP-AES 将直观的 MP Expert 软件、易安装炬管和完全集成式高级阀系统 (AVS 4) 切换阀融合在一起，简化了仪器设置、方法开发和分析性能。这些创新特点可确保样品快速、准确地得到分析，提高了效率和数据质量，同时保持低运行成本。

本应用简报介绍了配备 AVS 4 切换阀的 Agilent 4210 MP-AES 用于火试金法制备的地质样品中的金的分析。

实验部分

仪器

配备完全集成式 AVS 4 四通切换阀、SPS 4 自动进样器和加湿器附件的 Agilent 4210 MP-AES 完成所有测量。该仪器配备 5 通道蠕动泵，可使改进的泵管线配置实现更快的样品吸入。样品引入系统由 Meinhard 雾化器、单通道玻璃旋流雾化室和易安装炬管组成。一旦安装到位，无需进一步调整炬管。

如图 1 所示，AVS 4 与 4210 MP-AES 仪器硬件完全融为一体，并通过 MP Expert 软件控制，以获得最佳时间设置和简易操作。阀在冲洗和进样之间快速切换。这最大程度减少了样品引入组件与高基质样品的接触，延长了耗材的寿命。



图 1. 配备安捷伦高级阀系统 (AVS 4) 四通切换阀的 Agilent 4210 MP-AES

4210 MP-AES 和 AVS 4 切换阀的运行参数如表 1 和表 2 所示。读取时间缩短至 1 s，以获得最大样品通量。此外，MP Expert 软件中的优化雾化器流速工具可轻松确定最佳雾化器流速。其他方法参数均采用默认设置。

为了加快样品到等离子体的输送，基于“快速流动”的概念，样品通过自动进样器探头的流速得以提高，即提高了样品从自动进样器到蠕动泵的流速。为了提高样品流速，在雾化器不过载的前提下，通过 T 形管向系统中额外引入一根样品蠕动泵管，这个 T 形管插在自动进样器管线末端和样品蠕动泵管起始端之间，如此样品能够流过两根样品蠕动泵管而不是一根。其中，一根蠕动泵管连接 AVS 4 切换阀（通往雾化器），另一根通往废液，这样避免了样品使雾化器过载（图 2）。由于样品流经两根泵管，从自动进样器探头到 T 形管插入点的样品流速得到提高，从而将样品的吸入时间缩短了 40%。

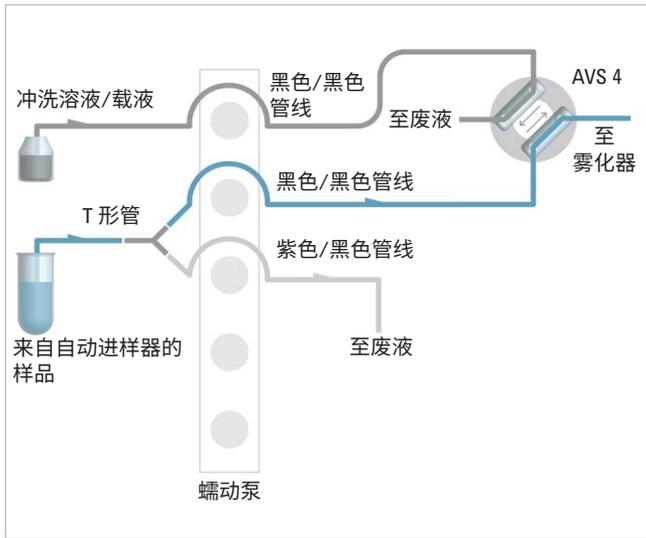


图 2. “快速流动” 概念的建立是为了提高样品流速

表 1. Agilent 4210 MP-AES 仪器和方法参数

参数	设置
元素	Au
波长 (nm)	267.595
读取时间 (s)	1
重复次数	3
泵速 (rpm)	15
吸入和冲洗期间快泵 (rpm)	80
雾化器流速 (L/min)	0.85
观测位置 (mm)	0
雾化器	Meinhard
雾化室	单通道玻璃旋流
炬管	易安装炬管
样品泵管	黑色/黑色 (连接 AVS 4) 紫色/黑色 (通往废液)
载液泵管	黑色/黑色
废液泵管	蓝色/蓝色
背景校正	自动

表 2. Agilent AVS 4 设置

参数	设置
吸入延迟 (s)	9
切换延迟 (s)	7
冲洗时间 (s)	5
稳定时间 (s)	5

样品与样品前处理

本研究使用了六个地质样品、两个金有证标准物质 (CRM) 和一个定制标准物质 (RM): SL76 和 Oxp116 (新西兰 Rocklabs 标准物质) 和 BP-13 (定制标准物质, 未商品化)。所有样品和 CRM 由第三方实验室按照标准火试金法程序制备。超纯去离子水 (18 MΩ 电阻率, Millipore)、分析纯盐酸 (37% m/v, 发烟) 和硝酸 (69% m/v) 用于制备所有的 CRM 和样品。所有溶液的最终酸度为 30% 王水。

1000 mg/L Au 单元素标样用来制备 2.5、5、10、20、50 和 100 mg/L 的校准标样。标样也用 30% (v/v) 王水制备。

校准曲线的线性

本方法从 1 ppm 到 100 ppm 对 Au 267.595 nm 进行校准, 相关系数大于 0.999。这一宽线性动态范围能够对地质样品中 1 ppm 至 60 ppm 以上的 Au 进行准确测定, 无需耗时的稀释和重复的样品分析。

结果与讨论

方法检测限

方法检测限 (MDL) 的测定步骤基于 40 CFR 136 附录 B [1]。以 150 µg/L 标样校准, 150 µg/L 溶液的 10 次重复测量读数的平均标准偏差的 3 倍即为 MDL。MDL 的测量分别在两台不同仪器上运行 3 次, 总共 6 次。MDL 测量的 6 次平均值如表 3 所示。

表 3. Agilent 4210 MP-AES 对 Au 267.595 nm 的方法检测限

元素与波长 (nm)	平均 MDL (µg/L), n = 6
Au 267.595	7.2

标准物质回收率

为了验证方法，4210 MP-AES 对多种样品和 CRM 重复分析三次。Au 平均值如表 4 所示，与 FAAS 的分析结果相当。此外，表中还列出了三种 CRM 的标准值（溶液中）。FAAS 和 MP-AES 的结果之间不存在显著性差异，并且 CRM 的回收率均在标准值的 $\pm 10\%$ 之内。

通过使用 AVS 4 切换阀和改进泵管线设置，方法得以优化，样品与样品之间的分析时间缩短至 30 秒以内。

长期稳定性

3 小时内连续测量三个样品和一个 CRM，这期间无需重新定义斜率或重新校准，以此证明 4210 MP-AES 的长期稳定性。

图 4 显示了样品和 CRM 的稳定性曲线（每 10 个样品测定一次）。所有样品展示出优异的长期精密密度，在 3 小时分析时间内，%RSD 小于 2%（表 5）。这证明了配备 AVS 4 切换阀的 4210 MP-AES 在此次分析中具有出色的可靠性和稳定性。

由于 AVS 4 在吸入和冲洗期间引导样品远离样品引入系统，因此最大程度减少了消耗品与样品基质之间的接触，从而延长了雾化器、雾化室和炬管等消耗品的寿命。这意味着，在消耗品需要更换前，可分析更多的高基质样品（如地质消解物），从而降低了不断增加的仪器运行成本。

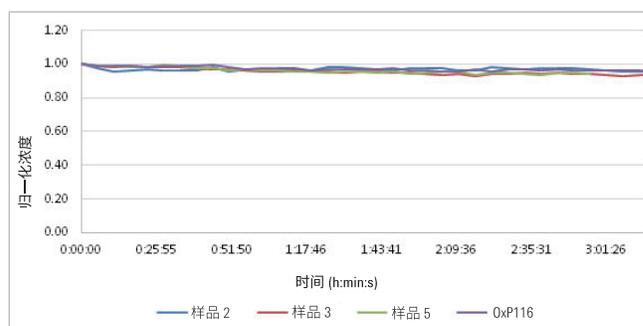


图 4. 3 小时期间内测得的地质样品中 Au 的归一化浓度

表 4. MP-AES 和 FAAS 测量的样品和 CRM 溶液中 Au 的回收率结果的比较

样品/标准物质	金标准值 (mg/L)	FAAS 测量值 (mg/L)	FAAS 回收率 (%)	MP-AES 测量值 (mg/L)	MP-AES 回收率 (%)	FAAS 与 MP-AES 结果之间的差异 (%)
样品 1	-	4.180	-	4.495	-	8%
样品 2	-	1.089	-	1.157	-	6%
样品 3	-	17.19	-	17.87	-	4%
样品 4	-	62.80	-	62.76	-	0%
样品 5	-	28.18	-	28.90	-	3%
样品 6	-	1.663	-	1.786	-	7%
SL76	17.88	18.33	103	18.52	104	1%
BP-13	1.074	1.089	101	1.156	108	6%
0xP116	44.85	44.99	100	44.95	100	0%

表 5. 4 个地质样品中 Au 的长期稳定性 %RSD 结果

溶液	平均浓度 (mg/L)	3 小时内的 %RSD
样品 2	1.171	0.9
样品 3	17.21	1.9
样品 5	28.27	1.8
OxP116	44.53	1.3

结论

对于地质样品中 Au 的分析，Agilent 4210 MP-AES 是一项高性能、安全、经济、可替代 FAAS 的技术。在本研究中，简单易用的 AVS 4 切换阀系统最大程度减少了样品引入组件与高基质火试金法样品之间的接触，对于进行常规地球化学分析的实验室而言，实现了长期的成本节约。

配备 AVS 4 切换阀的 4210 MP-AES 展现出：

- 快速的分析能力，样品与样品之间的分析时间在 30 秒之内
- 出色的线性动态范围，能够对宽浓度范围的 Au 进行测定，无需耗时的稀释
- 高品质的分析性能，方法检测限为 7.2 ppb，CRM 回收率在标准值的 $\pm 10\%$ 之内
- 分析的所有样品和 CRM 的浓度测定值在 FAAS 测定值的 10% 之内
- 卓越的长期稳定性，4 个不同样品在 3 小时分析时间内的 %RSD 均低于 2%

参考文献

1. US Environmental Protection Agency, 40 CFR Appendix B to Part 136 - Definition and Procedure for the Determination of the Method Detection Limit-Revision 1.11, July 2011, <https://www.gpo.gov/fdsys/granule/CFR-2011-title40-vol23/CFR-2011-title40-vol23-part136-appB/content-detail.html>

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

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、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，2016

2016 年 9 月 1 日，中国出版

出版号：5991-7103CHCN



Agilent Technologies