

Optimierte Methodenentwicklung für mit DTPA extrahierte Bodenproben mit IntelliQuant-Screening

Minimierung von Wiederholungsmessungen mit den
intelligenten Funktionen des Agilent 5800 VDV ICP-OES

Autor

Michael Mavrogenis
Agilent Technologies, Inc.

Bestimmung aller Elemente in einem Analysenlauf

Die Bodenproben wurden gemäß der chinesischen Methode HJ-804 für die Analyse vorbereitet. In den mit DTPA extrahierten Bodenproben wurden mit dem Agilent 5800 VDV ICP-OES, das mit einem Schaltventilsystem AVS 6 und einem automatischen Probengeber SPS 4 ausgerüstet war, acht bioverfügbare Elemente gemessen.

Funktionen der Agilent ICP Expert-Software wie beispielsweise das IntelliQuant-Screening wurden zur Unterstützung der Methodenentwicklung verwendet. Dieser Ansatz lieferte qualitativ hochwertige Ergebnisse und minimierte die Notwendigkeit für Wiederholungsmessungen der Proben. Ein von IntelliQuant erstelltes quantitatives Arbeitsblatt lieferte eine semi-quantitative Analyse und bot Erkenntnisse über die Probe, die die quantitativen Daten ergänzten.

Einfache Methodenentwicklung in drei Schritten mit dem IntelliQuant-Screening

Methodenentwicklung kann mühsam und zeitaufwändig sein. Und eine schlechte Methodenentwicklung kann dazu führen, dass falsche Daten in einen Bericht aufgenommen werden oder dass Proben erneut gemessen werden müssen. Das IntelliQuant-Screening unterstützt Sie bei der Methodenentwicklung in drei einfachen Schritten:

Schritt 1: Analyse der Probe mit dem IntelliQuant-Screening

Ein IntelliQuant-Screening kann schnell und einfach eingerichtet werden. Es müssen keine Elemente oder Wellenlängen ausgewählt werden. Das IntelliQuant-Screening erfasst in nur 15 Sekunden Daten des gesamten Wellenlängenbereichs. Automatische Elementerkennungsalgorithmen wählen dann die Elemente und Wellenlängen aus.

Schritt 2: Auswahl aus den verfügbaren Wellenlängen zur Erstellung einer quantitativen Methode

Das IntelliQuant-Screening bietet eine Liste empfohlener Wellenlängen für jedes nachgewiesene Element in jeder Probe an.

Für diese Applikation wurden alle vom IntelliQuant-Screening ausgewählten Wellenlängen auch von der Standard-Methode HJ-804 vorgeschlagen, was für die Zuverlässigkeit des Algorithmus von IntelliQuant spricht.

Für Mn beispielsweise ergab das IntelliQuant-Screening mehrere Wellenlängen mit einer Qualitätsbewertung von fünf Sternen. Das bedeutet, dass diese Wellenlängen sich wahrscheinlich für eine quantitative Methode eignen (Abbildung 1).

Element Used	Flag	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
Mn	✓	257.610	★★★★★	6.56	3531212.2	9240.0
	?	259.372	★	7.23	2642148.1	6717.9
		293.931	★★★★★	6.99	767084.1	6033.2
		293.305	★★★★★	6.99	299379.6	4272.6
		279.827	★★★★★	6.79	100063.1	8186.8
		191.446	★★★★★	6.43	14796.5	714.4

Analyte: Mn(259.372)

Confidence: very weak

Interference: Fe(259.373)

Confidence: very strong

Abbildung 1: IntelliQuant Sterne-Bewertungstabelle für Wellenlängen zur Analyse von Mn. Nach Klick auf das rote Fragezeichen erscheinen Informationen darüber, warum die Wellenlänge schlecht bewertet wird. In diesem Fall wurde eine mögliche Störung der Hauptlinie von Mn durch Fe erkannt.

Das IntelliQuant-Screening ergab auf der Grundlage von Signalintensität, Hintergrundstruktur und Abwesenheit von Interferenzen eine Bewertung mit fünf Sternen für die Mn-Wellenlängen 257,610 nm und 293,305 nm. Die Methode HJ-804 empfiehlt ebenfalls diese beiden Wellenlängen.

Das rote Fragezeichen neben der schlecht bewerteten Wellenlänge weist darauf hin, dass es bei dieser Wellenlänge ein Problem gibt. Der Pop-up-Tipp zeigt an, dass eine starke Störung durch Fe vorliegt, daher die Bewertung mit nur einem Stern. Aufgrund dieser Erkenntnisse über die Probe wurde die Wellenlänge nicht in die endgültige Methode aufgenommen.

Schritt 3: Analyse der Proben für semi-quantitative Daten

Die quantitative Analyse wurde mit den durch das IntelliQuant-Screening empfohlenen Wellenlängen durchgeführt. Während der Analyse wurde eine weitere Softwarefunktion, IntelliQuant, verwendet, um semi-quantitative Daten von jeder Probe zu erfassen. Dieser Ansatz kann auch bei der Durchführung einer regulierten Methode angewendet werden, während gleichzeitig semi-quantitative Daten für bis zu 70 Elemente, die in der Probe vorliegen könnten, erfasst werden, wie in Abbildung 2 gezeigt.

IntelliQuant verwendet zur Bewertung der semi-quantitativen Daten bei jeder Wellenlänge für jede Probe die gleichen automatischen Elementerkennungsalgorithmen wie das IntelliQuant-Screening. Die Software schätzt die Konzentrationen aller Elemente in der Probe ab und erkennt automatisch spektrale Störungen.

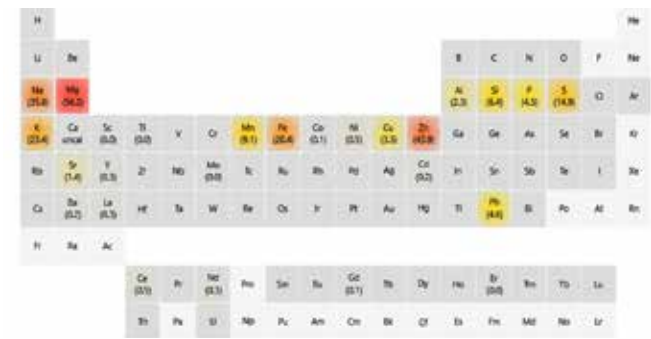


Abbildung 2: Die IntelliQuant-Heat Map zeigt die relativen Konzentrationen aller Elemente in einer Probe.

Um die Zuverlässigkeit der Endergebnisse zu steigern, können IntelliQuant-Daten dazu verwendet werden, die vollständigen quantitativen Ergebnisse zu überprüfen. Wie in Tabelle 1 gezeigt liegen die von IntelliQuant ermittelten semi-quantitativen Konzentrationen innerhalb von ± 25 % der vollständigen quantitativen Werte; sie steigern die Zuverlässigkeit der analytischen Ergebnisse.

Tabelle 1: Vergleich der quantitativen und der IntelliQuant-Daten.

Element	Konzentration (mg/l)		Element	Konzentration (mg/l)	
	Quantitativ	IntelliQuant		Quantitativ	IntelliQuant
Cd	0,15	0,17	Mn	8,57	9,12
Co	0,07	0,05	Ni	0,54	0,54
Cu	3,30	3,46	Pb	4,38	4,63
Fe	29,3	28,4	Zn	43,9	43,9

Erfahren Sie mehr über Ihre Proben

Das Agilent 5800 VDV ICP-OES eignet sich für die Routineanalyse von acht bioverfügbaren Elementen in Bodenproben. Das IntelliQuant-Screening und IntelliQuant steigern die Zuverlässigkeit einer analytischen Methode und ihrer Endergebnisse. Mehr Wissen über die Probenzusammensetzung vor der Analyse reduziert die Notwendigkeit für Wiederholungsmessungen und spart Arbeit und Zeit.