

Agilent ICP-MS IntelliQuant Analyse

Ein Überblick über QuickScan, IntelliQuant und die Sterne-Bewertung



Einleitung

Das in Agilent ICP-MS MassHunter Version 4.6 eingeführte IntelliQuant für ICP-MS bietet eine automatisierte semiquantitative Analyse für jede Probe. Die Kalibrierung und Untergrundkorrektur werden automatisch ohne Benutzereingriff durchgeführt und die Daten werden in einem leicht verständlichen Periodensystem-Heat-Map-Format sowie in einer umfassenden Datentabelle präsentiert.

IntelliQuant ist möglich, da bei der Messung jeder Probe ein QuickScan durchgeführt werden kann. Der optionale zweisekündige QuickScan erfasst ein vollständiges Massenspektrum des gesamten messbaren Massenbereichs, was die semiquantitative und Total Matrix Solids (TMS)-Berechnung für jede Probe ermöglicht.

TMS-Niveaus werden anhand der IntelliQuant Daten berechnet. Ähnlich wie die Salzfracht (TDS) ist TMS die Summe der Schlüssel-Matrixelemente in jeder Probe.

In der TMS-Berechnung sind die Elemente enthalten, bei denen typischerweise davon ausgegangen wird, dass sie zu Matrixeffekten beitragen, wie z. B. die Ionisationssuppression und Matrixablagerungen auf Interfacekonden und Linsen. Gasförmige Elemente, einschließlich von Elementen in Säuren wie HCl und HNO₃, verursachen bei der ICP-MS keine nennenswerten Matrixeffekte, sodass sie aus der Berechnung ausgeschlossen werden.

Störungsbeseitigung

ICP-MS-Daten wären nicht brauchbar, wenn durch die Matrix verursachte Störungen vorhanden wären, die die Ergebnisse verfälschten. Standardmäßig erfasst ICP-MS MassHunter QuickScan-Daten im Helium-Kinetik-Energy-Discrimination (KED)-Modus. Die KED beseitigt Interferenzen durch Molekülonen ohne Bedarf an einer selektiven Reaktionschemie und ist bei nahezu allen Interferenzen durch Molekülonen wirksam – die am meisten zu spektralen Störungen in der ICP-MS beitragen.

Die Helium-KED hängt vom Gerätedesign als Ganzes ab, um effektiv zu funktionieren. Weitere Informationen finden Sie in der Publikation [5994-1171EN](#).

IntelliQuant Datenanalyse

Die QuickScan-Funktion ist im Helium-KED-Modus standardmäßig aktiviert. Obwohl QuickScan deaktiviert werden kann, verlängert die Funktion die Gesamtanalysendauer lediglich um zwei Sekunden und liefert zahlreiche zusätzliche Daten. Der Analytiker benötigt kein spezielles Fachwissen und es sind keine Interaktionen erforderlich, da IntelliQuant den bestgeeigneten Standard für die Kalibrierung der semiquantitativen Response auswählt.

Die semiquantitativen Konzentrationen für jedes messbare Element werden in jeder Probe berechnet und in einer Datentabelle sowie in einer leicht verständlichen Periodensystem-Heat-Map angezeigt.

Die Heat Map wird bei Auswahl einer Probe automatisch mit den TMS- und Konzentrationsdaten aktualisiert. Benutzer können auf ein spezifisches Element klicken, um weitere Details dafür anzuzeigen.



Abbildung 1. Beispiel einer IntelliQuant Heat Map mit den semiquantitativen Daten für alle messbaren Elemente in einer Probe.

Die Erfassung der semiquantitativen Daten für jede Probe bedeutet, dass der Analytiker Zugang zu einem deutlich umfangreicheren Datensatz als mit einer quantitativen Messung allein hat. Die Daten können verwendet werden, um ungewöhnliche Proben oder unerwartete Ergebnisse zu untersuchen, ohne den Arbeitsablauf im Labor ändern oder stören zu müssen.

Wenn z. B. eine verdächtige Probe ein vollständiges Element-Screening erfordert, kann dieses zu der standardmäßigen Routinemethode mit aktiviertem IntelliQuant hinzugefügt werden, ohne dass Änderungen erforderlich sind.

IntelliQuant Sterne-Bewertung

Eine neue, in ICP-MS MassHunter 5.3 eingeführte Funktion ist das innovative Sterne-Bewertungssystem. Mit nur einem Tastendruck kann die Sterne-Bewertungsübersicht angezeigt werden.

Wenn die Funktion aktiviert ist, evaluiert ICP-MS MassHunter jedes im Heliummodus quantitativ gemessene Element und Isotop. Es bewertet dann die Datenqualität für jedes Isotop und zeigt die Zuverlässigkeit der Daten mithilfe eines leicht verständlichen Sterne-Bewertungssystems an. Fünf Sterne geben eine hohe Ergebniszuverlässigkeit für das jeweilige Isotop an.

Zuverlässige Ergebnisse

Für die Berechnung der Sterne-Bewertung verwendet IntelliQuant multivariate Daten, einschließlich:

- Spektrale Interferenzen
- Präzision der Messungen
- Nachweisgrenzen und Untergründe
- Kalibrierungsqualität



Abbildung 2. Die IntelliQuant Sterne-Bewertung verwendet eine multivariate Analyse zur Berechnung eines Konfidenzniveaus für die quantitativen Probandaten.

Interferenzdatenbank

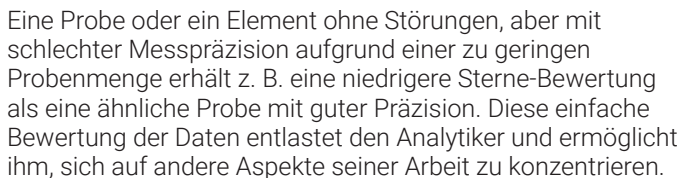
Spektrale Störungen werden anhand der Full-Scan-Daten berechnet, die von der QuickScan-Funktion erfasst werden. Das Spektrum wird mittels einer umfassenden Datenbank realer Störungen gefiltert. Die Datenbank enthält Details der Störungsbildungsraten unter den verschiedenen voreingestellten Plasmabedingungen (wenig Matrix, allgemeine Verwendung oder UHMI) für den Keim-Gas- und Heliumkollisionsmodus.

IntelliQuant verwendet dann die QuickScan-Daten, um den Störungsbeitrag von unbekannten oder unerwarteten Elementen zu berechnen. Es berücksichtigt die relative Intensität einer möglichen Störung relativ zum Analytsignal, um zu beurteilen, ob der Beitrag signifikant ist.

Diese Funktion ist für Atominterferenzen wie doppelt geladene Elemente (M^{2+}) nützlich, bei denen der Heliumkollisionsmodus ineffektiv ist. Damit sich eine Störung durch doppelt geladene Ionen nennenswerter Intensität bildet, müssen mehrere Faktoren gleichzeitig vorliegen. Das ursprüngliche Element muss eine zweifach höhere Masse, eine niedrige zweite

Das bedeutet, dass wenn eine Probe SEE enthält, diese leicht übersehen werden können, da keine analytischen Daten dafür vorliegen. IntelliQuant und QuickScan beurteilen jedoch automatisch das gesamte Massenspektrum für jede Probe und zeigen alle potenziellen Probleme auf.

Die IntelliQuant Sterne-Bewertung ist mehr als nur ein Mittel zur Erkennung von Störungen: Sie bewertet alle wichtigen Faktoren der Analyse, wie z. B. die Messpräzision und die Kalibrierungsqualität. Sie berücksichtigt auch die Quantifizierungsgrenze (LOQ) und die Untergrundäquivalenzkonzentration (BEC) für jeden Analyten bis zur Isotopenebene.



Zur Bewertung der Genauigkeit wurde ein Standardreferenzmaterial (SRM) verwendet: NIST 1643f (Trace Elements in Water). Die Probe wurde dann mit zunehmenden Konzentrationen von SEE versetzt (0,1, 1,0 und 10,0 ppm) und jede Lösung wurde zweimal gemessen.)

3

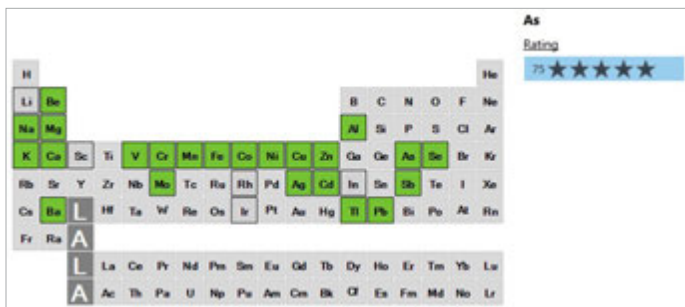


Abbildung 5a. SRM NIST1643f ohne Zusatz. Alle Elemente in der IntelliQuant Heat Map für die Sterne-Bewertung sind grün, was keine Probleme bedeutet. Bei Arsen gibt die Bewertung mit fünf Sternen an, dass keine bekannten Probleme vorliegen.

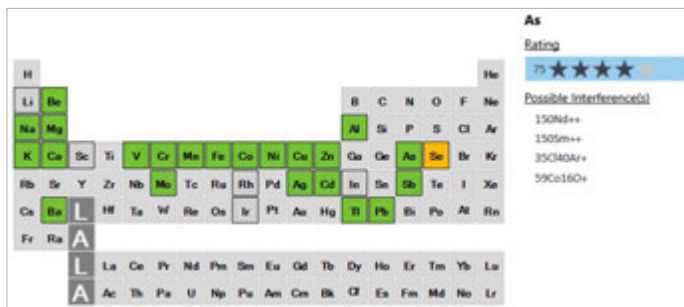


Abbildung 5b. SRM NIST1643f, versetzt mit 0,1 ppm SEE. Für Selen wird ein Problem angezeigt (orange Zelle), und die Sterne-Bewertung für As hat sich verschlechtert, was auf eine leichte Störung durch Nd²⁺ und Sm²⁺ hindeutet.

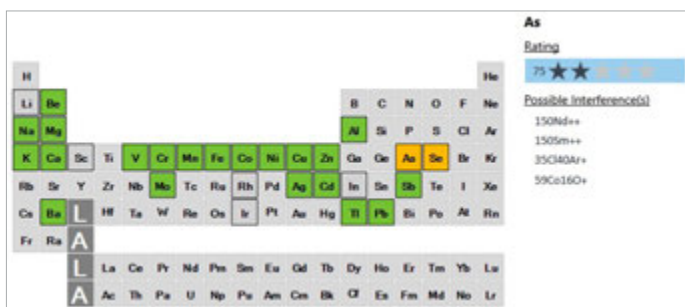


Abbildung 5c. SRM NIST1643f, versetzt mit 1 ppm SEE. Die Ergebniszuverlässigkeit für As ist auf zwei Sterne gesunken und wird in Orange angezeigt, was auf eine starke Störung durch Nd²⁺ und Sm²⁺ hindeutet.

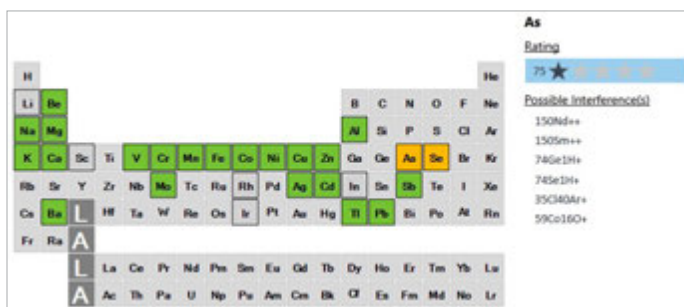


Abbildung 5d. SRM NIST1643f, versetzt mit 10 ppm SEE. Die Ergebniszuverlässigkeit für As ist niedrig, die Bewertung mit einem Stern deutet auf eine schwerwiegende Störung durch Nd²⁺ und Sm²⁺ hin.

Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse und Wiederfindungen für das SRM ohne Zusatz. Für die Probe ohne Zusatz waren alle Wiederfindungen akzeptabel und IntelliQuant hat keinerlei Messprobleme erkannt.

Tabelle 2. Wiederfindungsdaten für das SRM NIST1643f. Die zertifizierten Konzentrationen (Zert.) und gemessenen Konzentrationen (Konz.) sind in µg/l⁻¹ angegeben.

Element	Zert.	Konz.	% Wdf.
9 Be	13,67	13,67	100
23 Na	18,83	20,21	107
24 Mg	7,454	8,169	110
27 Al	133,8	140,4	105
39 %	1,932	2,113	109
44 Ca	29,43	30,36	103
51 V	36,07	35,17	98
52 Cr	18,50	18,42	100
55 Mn	37,14	37,18	100
56 Fe	0,09	0,097	104
59 Co	25,30	25,40	100
60 Ni	59,8	60,1	101

Element	Zert.	Konz.	% Wdf.
63 Cu	21,66	21,78	101
66 Zn	74,4	76,3	103
75 As	57,42	58,93	103
78 Se	11,700	11,990	102
95 Mo	115,3	125,3	109
107 Ag	0,9703	0,977	101
111 Cd	5,89	5,88	100
121 Sb	55,45	55,35	100
137 Ba	518,2	527,1	102
205 Tl	6,892	6,812	99
208 Pb	18,488	18,569	100

IntelliQuant Interferenzsimulator

Der Interferenzsimulator in ICP-MS MassHunter 5.3 und höheren Versionen ermöglicht dem Analytiker, auf simulierte Störungen in verschiedenen Matrices zu testen, ohne eine Probe zu analysieren – oder auch nur das Plasma zu zünden.

Unter Verwendung der für die Sterne-Bewertung erstellten Interferenzdatenbank berechnet der IntelliQuant Simulator potenzielle Störungen in den ausgewählten Zellen- und Plasmamodi.

Der Benutzer kann aus Beispiel-Matrices wählen, gewünschte Änderungen vornehmen und sie als benutzerdefinierte Probenmatrix speichern.

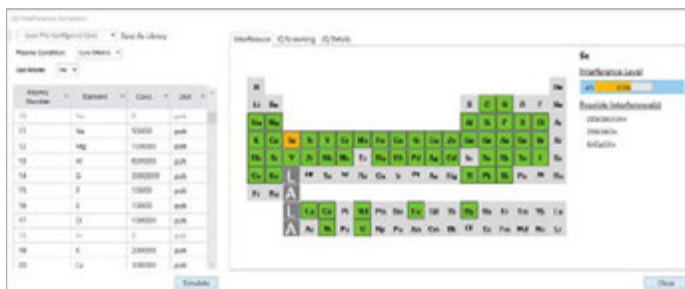


Abbildung 6. Der IntelliQuant Interferenzsimulator ermöglicht dem Benutzer, Versuche durchzuführen, ohne Lösungen herzustellen oder auch nur das Plasma zu zünden.

Datenkompatibilität

IntelliQuant und die Sterne-Bewertung sind mit allen QuickScan-Daten kompatibel, die mit ICP-MS MassHunter erfasst wurden. Diese Kompatibilität bedeutet, dass alle Daten unabhängig vom Typ oder Alter des Geräts mit IntelliQuant¹ erneut ausgewertet werden können.

Die Funktionen sind mit Daten vom Agilent ICP-MS 7700, 7800, 7850 und 7900 sowie vom Agilent 8800 und 8900 ICP-QQQ kompatibel.

¹ Die Leistung hängt von den voreingestellten Plasmabedingungen und dem Heliumkollisionsmodus ab.

www.agilent.com/chem/icp-ms

DE07391022

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Veröffentlicht in den USA, 28. Mai 2024
5994-7441DEE