

Análisis de IntelliQuant ICP-MS de Agilent

Descripción general de QuickScan, IntelliQuant y calificación por estrellas



Introducción

A partir de la versión 4.6 de Agilent ICP-MS MassHunter, IntelliQuant para ICP-MS proporciona un análisis semicuantitativo automatizado para cada muestra. La calibración y la corrección del ruido se realiza automáticamente sin intervención del usuario y los datos se presentan en un formato fácil de entender, un mapa de calor en la tabla periódica, y en una tabla de datos exhaustiva.

IntelliQuant es posible porque se puede realizar un QuickScan al medir cada muestra. El QuickScan opcional de dos segundos adquiere un espectro de masas completo de todo el intervalo de masas medible, lo que facilita los cálculos semicuantitativos y de sólidos totales de la matriz (TMS) de cada muestra.

Los niveles de TMS se calculan a partir de los datos de IntelliQuant. De forma similar a los sólidos disueltos totales (TDS), los TMS son la suma de los elementos clave de la matriz en cada muestra.

En el cálculo de los TMS se incluyen los elementos que normalmente se considera que contribuyen a los efectos de la matriz, como la supresión de la ionización y la deposición de matriz en los conos y lentes de interfase. Los elementos gaseosos, incluidos los elementos en ácidos como HCl y HNO₃, no causan efectos de la matriz apreciables en ICP-MS, por lo que se excluyen del cálculo.

Eliminación de interferencias

Los datos de ICP-MS no serían útiles si hubiera interferencias derivadas de la matriz que sesgaran los resultados. Por defecto, ICP-MS MassHunter adquiere los datos de QuickScan en modo de discriminación de energía cinética (KED) de helio. La KED elimina las interferencias poliatómicas sin necesidad reacciones químicas selectivas y es aplicable a prácticamente todas las interferencias poliatómicas, la principal contribución de las interferencias espectrales en ICP-MS.

La KED de helio depende del diseño del instrumento en su conjunto para que funcione de forma eficaz. Para obtener más información, consulte la publicación [5994-1171ES](#).

Análisis de datos de IntelliQuant

Por defecto, la función QuickScan está activada en el modo KED de helio. Aunque QuickScan puede desactivarse, solo añade dos segundos al tiempo total de análisis y proporciona una gran cantidad de datos adicionales. El analista no necesita experiencia ni interacción, ya que IntelliQuant selecciona el patrón más adecuado para calibrar la respuesta semicuantitativa.

Las concentraciones semicuantitativas de cada elemento medible se calculan en cada muestra y se muestran en una tabla de datos, así como en un mapa de calor en la tabla periódica de fácil comprensión.

El mapa de calor se actualiza automáticamente con los TMS y los datos de concentración cuando se selecciona una muestra. Los usuarios pueden hacer clic en elementos específicos para ver más detalles sobre ese elemento.

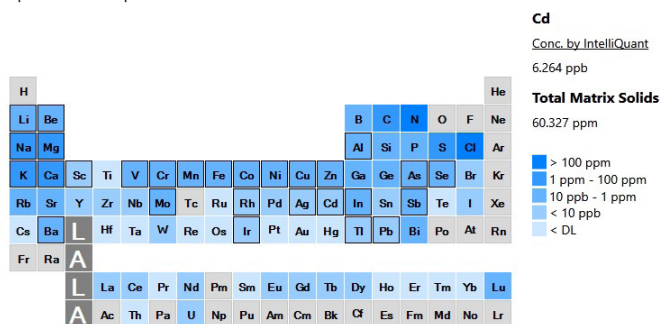


Figura 1. Ejemplo de mapa de calor de IntelliQuant que muestra los datos semicuantitativos de todos los elementos medibles de una muestra.

El registro de los datos semicuantitativos de cada muestra hace que el analista tenga acceso a un conjunto de datos mucho más rico que la medición cuantitativa por sí sola. Los datos se pueden utilizar para investigar muestras inusuales o resultados inesperados sin tener que cambiar o alterar el flujo de trabajo del laboratorio.

Por ejemplo, si una muestra sospechosa requiere un cribado elemental completo, se puede añadir al método estándar de rutina con IntelliQuant activado, sin necesidad de hacer cambios.

Calificación por estrellas de IntelliQuant

Una nueva función introducida en ICP-MS MassHunter 5.3 es el innovador sistema de calificación por estrellas. Basta con pulsar un botón para mostrar la vista de resumen de calificación por estrellas.

Cuando está activado, ICP-MS MassHunter evaluará cada elemento cuantitativo e isótopo medido en modo de helio. A continuación, evalúa la calidad de los datos de cada isótopo y muestra el nivel de confianza en los datos mediante un sistema de calificación por estrellas de fácil comprensión. Cinco estrellas indican una alta confianza en el resultado de ese isótopo.

Confianza en los resultados

Para calcular la calificación por estrellas, IntelliQuant utiliza datos multivariantes que incluyen:

- Interferencias espectrales
- Precisión medida
- Límites de detección y fondos
- Calidad de la calibración



Figura 2. La calificación por estrellas de IntelliQuant utiliza el análisis multivariante para calcular un nivel de confianza para los datos cuantitativos de la muestra.

Base de datos de interferencias

Las interferencias espectrales se calculan utilizando los datos de barrido completo adquiridos mediante la función QuickScan. El espectro se filtra a través de una completa base de datos de interferencias reales.

La base de datos incluye detalles de las tasas de formación de interferencias en las diferentes condiciones de plasma preestablecidas (matriz sencilla, uso general o UHMI) para los modos de colisión sin gas y con helio.

A continuación, IntelliQuant utiliza los datos de QuickScan para calcular cualquier contribución de interferencia de elementos desconocidos o inesperados. Tiene en cuenta la intensidad relativa de una posible interferencia frente a la señal del analito para evaluar si la contribución es significativa.

Esta característica es útil para interferencias atómicas tales como elementos con doble carga (M^{2+}), donde el modo de colisión con helio es ineficaz. Para que se forme una interferencia con doble carga a niveles apreciables, deben darse varios factores de forma simultánea.

El elemento original debe tener una masa dos veces superior, una baja energía de segunda ionización y una concentración relativamente alta. Estos factores son menos comunes en la mayoría de las muestras, pero a menudo se pasan por alto.

Un buen ejemplo es la contribución de los elementos de tierras raras (REE) con doble carga a la señal aparente de los elementos clave arsénico (As) y selenio (Se). Muchas muestras no tienen concentraciones apreciables de REE, y la mayoría de los métodos regulados no requieren el análisis de REE.

Esto significa que si una muestra contiene REE puede pasarse por alto fácilmente, ya que no hay datos analíticos para ellas. Sin embargo, IntelliQuant y QuickScan evalúan automáticamente el espectro de masas completo de cada muestra y señalan cualquier problema.

Evaluación total de los datos

La calificación por estrellas de IntelliQuant es más que un buscador de interferencias; evalúa todos los factores importantes del análisis, como la precisión de la medición y la calidad de la calibración. También tiene en cuenta el límite de cuantificación (LOQ) y la concentración equivalente de fondo (BEC) para cada analito hasta el nivel isotópico.



Figura 3. Ejemplos de calificación por estrellas de IntelliQuant de isótopos con distintos niveles de precisión de medición deficiente.

Por ejemplo, una muestra o un elemento sin interferencias, pero con una precisión de medición deficiente debido a que la muestra se ha agotado, recibirá una calificación por estrellas inferior a la de una muestra similar con una buena precisión. Esta sencilla evaluación de datos libera al analista de esta tarea y le permite centrarse en otros aspectos de su trabajo.

Ensayo de las características de IntelliQuant

IntelliQuant se probó utilizando varios lotes de muestras reales para verificar la robustez y la fiabilidad de los algoritmos utilizados. Aquí se detalla un ejemplo de identificación de interferencias.

Para evaluar la exactitud, se utilizó un material de referencia estándar (SRM), NIST 1643f (oligoelementos en el agua). A continuación, se añadieron a la muestra concentraciones crecientes de REE (0,1, 1,0 y 10,0 ppm), y cada solución se midió por duplicado.

De los elementos certificados, tanto el As como el Se pueden presentar interferencias del neodimio (Nd) y el samario (Sm) con doble carga. En la Tabla 1 se muestra el efecto analítico y las recuperaciones del As y el Se en los distintos niveles de adición de REE.

Tabla 1. Efectos de las interferencias del Nd²⁺ y el Sm²⁺ en la recuperación del As y el Se para un SRM NIST 1643f añadido. Las concentraciones se presentan como ppb y las recuperaciones como % del valor certificado.

	75 As		78 Se	
Valor certificado	57,42	% Rec.	11,70	% Rec.
NIST 1643f	58,93	103	11,99	102
NIST 1643f	58,11	101	11,82	101
NIST 1643f + 0,1 ppm	61,07	106	55,31	473
NIST 1643f + 0,1 ppm	61,86	108	56,15	480
NIST 1643f + 1 ppm	93,41	163	447,94	3.829
NIST 1643f + 1 ppm	93,59	163	447,79	3.802
NIST 1643f + 10 ppm	518,86	904	6.170,19	52.737
NIST 1643f + 10 ppm	548,79	956	5.994,33	51.234

El efecto de interferencia, particularmente para las muestras de REE de menor concentración, puede no ser obvio para el analista. Sin embargo, IntelliQuant identificó con éxito las interferencias utilizando los datos de QuickScan. Las Figuras 5a-d muestran cómo IntelliQuant identificó las interferencias en el As.

El NIST 1643f no añadido no muestra problemas, y los resultados para el As y el Se dieron ambos cinco estrellas. El modo de colisión con helio eliminó con éxito cualquier interferencia poliatómica, como confirman los datos analíticos de la Tabla 1.

El aumento de la concentración de REE a 0,1 ppm tuvo poco efecto sobre el As, aunque IntelliQuant detectó posibles interferencias y rebajó el resultado a cuatro estrellas. El selenio experimentó interferencias en cada nivel de adición evaluado, indicado por una calificación de una sola estrella (Figura 4).

Las adiciones posteriores aumentaron la interferencia en el As (y el Se), y cada nivel de gravedad degradó la confianza de la calificación por estrellas para esa medición.

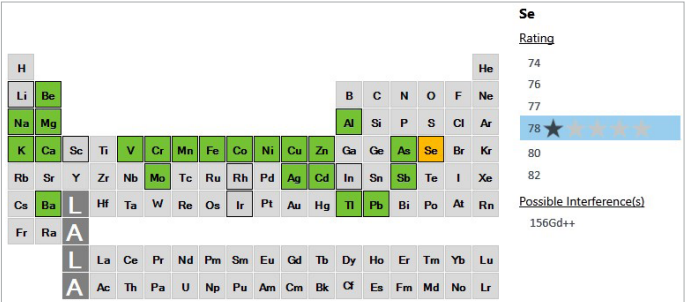


Figura 4. SRM NIST1643f con 0,1 ppm de REE añadido. El selenio muestra una única estrella que indica interferencias graves del Nd²⁺ y el Sm²⁺.

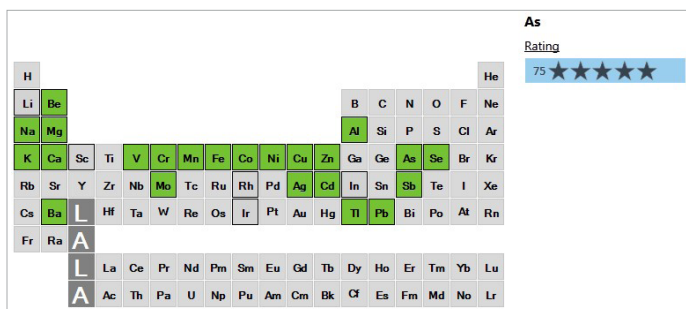


Figura 5a. SRM NIST1643f no añadido. Todos los elementos del mapa de calor de calificación por estrellas de IntelliQuant son verdes, lo que indica que no hay problemas. El arsénico muestra una calificación de cinco estrellas, lo que indica que no hay problemas conocidos.

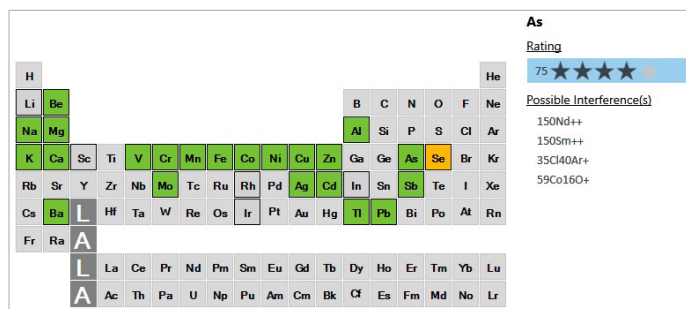


Figura 5b. SRM NIST1643f con 0,1 ppm de REE añadido. El selenio muestra un problema (celda naranja), y la calificación por estrellas del As se ha degradado, lo que indica una posible interferencia de bajo nivel del Nd^{2+} y el Sm^{2+} .

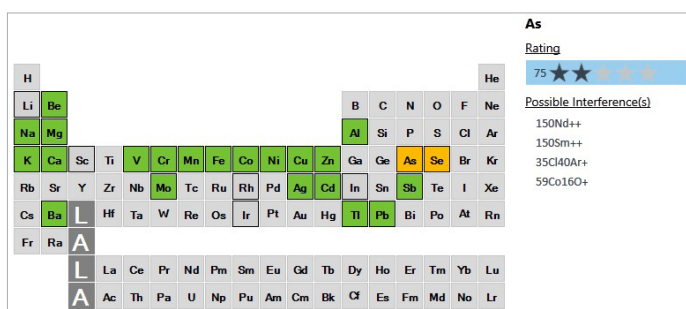


Figura 5c. SRM NIST1643f con 1 ppm de REE añadido. La confianza en el resultado del As se ha degradado a dos estrellas y se muestra en naranja, lo que indica una fuerte interferencia del Nd^{2+} y el Sm^{2+} .

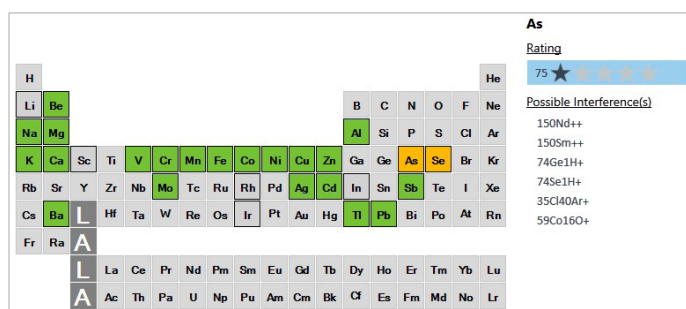


Figura 5d. SRM NIST1643f con 10 ppm de REE añadido. La confianza en el resultado del As es baja, una sola estrella indica una interferencia grave del Nd^{2+} y el Sm^{2+} .

La Tabla 2 muestra los resultados y recuperaciones para el SRM no añadido. Todas las recuperaciones fueron aceptables e IntelliQuant no identificó ningún problema de medición para la muestra no añadida.

Tabla 2. Datos de recuperación del SRM NIST1643f. Las concentraciones certificadas (Cert.) y las concentraciones medidas (Conc.) se expresan en $\mu\text{g L}^{-1}$.

Elemento	Cert.	Conc.	Rec. (%)
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 K	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

Elemento	Cert.	Conc.	Rec. (%)
60 Ni	59,8	60,1	101
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

Simulador de interferencias de IntelliQuant

El simulador de interferencias de ICP-MS MassHunter 5.3 y versiones posteriores permite al analista evaluar las interferencias simuladas en diversas matrices sin tener que ejecutar una muestra, ni siquiera encender el plasma.

Utilizando la base de datos de interferencias creada para la calificación por estrellas, el simulador IntelliQuant calcula las posibles interferencias en los modos de celda y plasma seleccionados.

El usuario puede seleccionar matrices de ejemplo, realizar las modificaciones que desee y guardarlas como una matriz de la muestra personalizada.

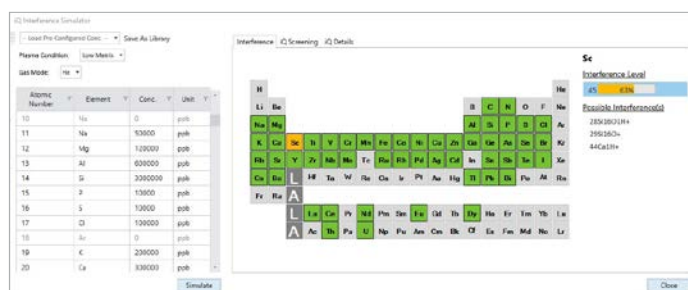


Figura 6. El simulador de interferencias de IntelliQuant permite al usuario experimentar sin necesidad de preparar soluciones o incluso encender el plasma.

Compatibilidad de los datos

IntelliQuant y la calificación por estrellas son compatibles con los datos de QuickScan obtenidos mediante ICP-MS MassHunter. Esta compatibilidad significa que todos los datos, independientemente del tipo de instrumento o de su antigüedad, pueden volver a procesarse utilizando IntelliQuant¹.

Las funciones son compatibles con los datos de los ICP-MS Agilent 7700, 7800, 7850 y 7900 y los ICP-QQQ Agilent 8800 y 8900.

¹ El rendimiento dependerá del uso de las condiciones de plasma preestablecidas y del modo de colisión con helio.

www.agilent.com/chem/icp-ms

DE07391022

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.