

# Análise do IntelliQuant no Agilent ICP-MS

Uma visão geral do QuickScan, IntelliQuant e da Classificação por estrelas



## Introdução

Introduzido no Agilent ICP-MS MassHunter versão 4.6, o IntelliQuant para ICP-MS fornece uma análise semiquantitativa automatizada de cada amostra. A calibração e a correção de background são feitas automaticamente, sem intervenção do usuário, e os dados são apresentados em um formato de mapa de intensidade em tabela periódica fácil de compreender e em uma tabela de dados abrangente.

O IntelliQuant é possível porque um QuickScan pode ser executado ao medir cada amostra. O QuickScan opcional de dois segundos adquire um espectro de massas completo de toda a faixa de massa mensurável, facilitando o cálculo semiquantitativo e dos sólidos totais da matriz (TMS) de cada amostra.

Os níveis de TMS são calculados a partir dos dados do IntelliQuant. Semelhante aos sólidos totais dissolvidos (TDS), o TMS é a soma dos elementos-chave da matriz em cada amostra.

Os elementos tipicamente considerados contribuidores para os efeitos da matriz são incluídos no cálculo do TMS, como a supressão de ionização e a deposição da matriz nos cones de interface e lentes. Os elementos gasosos, incluindo elementos em ácidos, como HCl e HNO<sub>3</sub>, não causam efeitos da matriz apreciáveis no ICP-MS, portanto, são excluídos do cálculo.

## Remoção de interferência

Os dados do ICP-MS não seriam úteis se interferências derivadas da matriz estivessem presentes para enviesar os resultados. Como padrão, o ICP-MS MassHunter adquire dados do QuickScan no modo de discriminação de energia cinética (KED) de hélio. A KED remove as interferências poliatômicas sem precisar de química de reação seletiva e é aplicável a praticamente todas as interferências poliatômicas – a maior contribuição das interferências espectrais em ICP-MS.

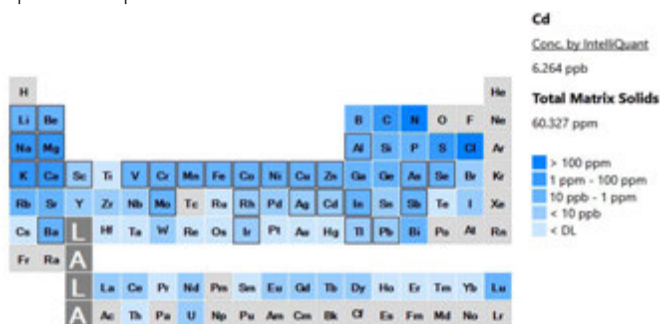
A KED de hélio depende do design do instrumento como um todo para operar com eficácia. Para mais informações, veja a publicação [5994-1171EN](#).

## Análise de dados do IntelliQuant

Por padrão, a função QuickScan é habilitada no modo KED de hélio. Embora o QuickScan possa ser desabilitado, ele apenas adiciona dois segundos ao tempo total de análise e fornece uma abundância de dados extras. O analista não precisa de experiência nem de interação, pois o IntelliQuant seleciona o padrão mais adequado para calibrar a resposta semiquantitativa.

As concentrações semiquantitativas de cada elemento mensurável são calculadas em cada amostra e exibidas em uma tabela de dados, bem como em um mapa de intensidade em tabela periódica fácil de compreender.

O mapa de intensidade é automaticamente atualizado com os dados de concentração e de TMS quando uma amostra é selecionada. Os usuários podem clicar em elementos específicos para ver mais detalhes de cada elemento.



**Figura 1.** Exemplo do mapa de intensidade do IntelliQuant exibindo os dados semiquantitativos de todos os elementos mensuráveis dentro de uma amostra.

O registro dos dados semiquantitativos de cada amostra significa que o analista tem acesso a um conjunto de dados muito mais rico do que apenas a medição quantitativa. Os dados podem ser usados para investigar amostras incomuns ou resultados inesperados sem ter que alterar ou perturbar o fluxo de trabalho do laboratório.

Por exemplo, se uma amostra suspeita precisa de uma varredura completa de elementos, isso pode ser adicionado ao método de rotina padrão com o IntelliQuant habilitado e nenhuma alteração será necessária.

## Classificação por estrelas do IntelliQuant

Um novo recurso introduzido no ICP-MS MassHunter 5.3 é o inovador sistema de classificação por estrelas. Basta pressionar um botão para exibir a vista de resumo da classificação por estrelas.

Quando habilitado, o ICP-MS MassHunter avalia cada elemento quantitativo e isótopo medido no modo hélio. Então, ele avalia a qualidade de dados de cada isótopo e exibe o nível de confiança nos dados usando um sistema de classificação por estrelas fácil de compreender. Cinco estrelas indicam alta confiança no resultado daquele isótopo.

### Confiança em seus resultados

Ao calcular a classificação por estrelas, o IntelliQuant usa dados multivariados, incluindo:

- Interferências espectrais
- Precisão da medição
- Limites de detecção e backgrounds
- Qualidade da calibração



**Figura 2.** A classificação por estrelas do IntelliQuant usa a análise multivariada para calcular um nível de confiança para os dados quantitativos das amostras

## Banco de dados de interferências

As interferências espectrais são calculadas usando dados de varredura completa adquiridos pela função QuickScan. O espectro é filtrado por meio de um abrangente banco de dados de interferências reais. O banco de dados contém detalhes das taxas de formação de interferência nas diferentes condições de plasma predefinidas (baixa matriz, uso geral ou UHMI) para os modos sem gás e de colisão com hélio.

Em seguida, o IntelliQuant usa os dados do QuickScan para estimar qualquer contribuição de interferência de elementos desconhecidos ou inesperados. Ele determina a intensidade relativa de uma possível interferência contra o sinal do analito para avaliar se a contribuição é significativa.

Esse recurso é útil para interferências atômicas, como elementos com dupla carga ( $M^{2+}$ ) onde o modo de colisão com hélio é ineficaz. Para que uma interferência com dupla carga se forme em níveis apreciáveis, vários fatores devem ocorrer simultaneamente. O elemento original deve ter

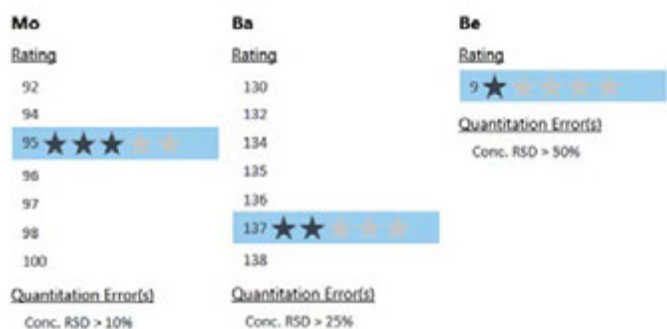
uma massa duas vezes mais alta, uma segunda energia de ionização baixa e uma concentração relativamente alta. Esses fatores são menos comuns na maioria das amostras, mas geralmente são negligenciados.

Um bom exemplo é a contribuição dos elementos de terras raras (REEs) com dupla carga para o sinal aparente dos elementos-chave arsênio (As) e selênio (Se). Muitas amostras não possuem concentrações de REEs apreciáveis e a maioria dos métodos regulamentados não exige a análise dos REEs.

Isso significa que se uma amostra possui quaisquer REEs, eles podem ser facilmente negligenciados, já que não há dados analíticos sobre eles. No entanto, o IntelliQuant e o QuickScan avaliarão automaticamente o espectro de massas completo de cada amostra e destacarão quaisquer questões.

### Avaliação total de dados

A classificação por estrelas do IntelliQuant é mais do que um identificador de interferências; ela avalia todos os fatores importantes da análise, como a precisão da medição e a qualidade da calibração. Ela também determina o limite de quantificação (LOQ) e a concentração equivalente de background (BEC) de cada analito até o nível do isótopo.



**Figura 3.** Exemplos da classificação por estrelas do IntelliQuant de isótopos com vários níveis de má precisão de medição.

Por exemplo, uma amostra ou elemento sem interferências, porém com má precisão de medição devido à amostra ter sido totalmente consumida antes do final do ensaio, receberá uma classificação com menos estrelas do que uma amostra semelhante com boa precisão. Essa simples avaliação de dados retira o fardo do analista, permitindo que ele se concentre em outros aspectos do seu trabalho.

### Teste da funcionalidade do IntelliQuant

O IntelliQuant foi testado usando vários lotes de amostras reais para verificar a robustez e a confiabilidade dos algoritmos usados. Um exemplo de identificação de interferência é detalhado aqui.

Para acessar a exatidão, foi usado o material de referência padrão (SRM) NIST 1643f (elementos em nível de traços em água). Concentrações cada vez maiores de REEs (0,1, 1,0 e 10,0 ppm) foram então adicionadas à amostra e cada solução foi medida em duplicata.

Dos elementos certificados, o As e o Se podem sofrer interferências do neodímio (Nd) e do samário (Sm) com dupla carga. A Tabela 1 mostra o efeito analítico e as recuperações do As e do Se nos vários níveis de adição de REE.

**Tabela 1.** Efeitos das interferências do Nd<sup>2+</sup> e do Sm<sup>2+</sup> na recuperação do As e do Se para o SRM NIST 1643f que sofreu adições. As concentrações são apresentadas como partes por bilhão (ppb) e as recuperações como % do valor certificado.

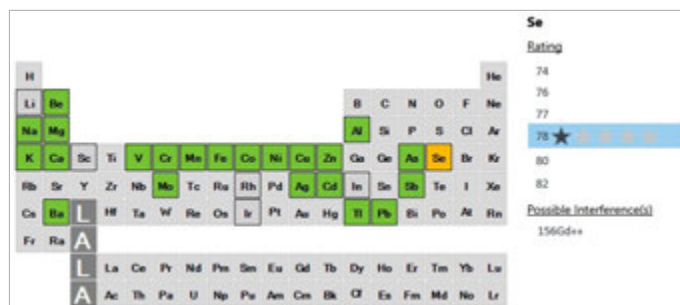
Valor certificado	75 As		78 Se	
		% de rec.		% de rec.
NIST 1643f	58,93	103	11,99	102
NIST 1643f	58,11	101	11,82	101
NIST 1643f + 0,1 ppm	61,07	106	55,31	473
NIST 1643f + 0,1 ppm	61,86	108	56,15	480
NIST 1643f + 1 ppm	93,41	163	447,94	3.829
NIST 1643f + 1 ppm	93,59	163	447,79	3.802
NIST 1643f + 10 ppm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

O efeito da interferência, particularmente nas amostras com concentrações mais baixas de REE, pode não ser óbvio para o analista. No entanto, o IntelliQuant identificou com êxito as interferências usando os dados do QuickScan. As Figuras 5a-d exibem como o IntelliQuant identificou as interferências no As.

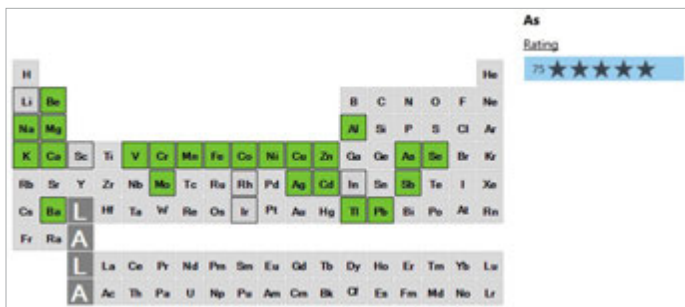
O NIST 1643f sem adições não apresenta problemas e os resultados para As e Se obtiveram cinco estrelas. O modo de colisão com hélio removeu com êxito qualquer interferência poliatômica, conforme confirmado pelos dados analíticos na Tabela 1.

O aumento da concentração de REE para 0,1 ppm teve pouco efeito no As, embora o IntelliQuant tenha detectado possíveis interferências e rebaixado o resultado para quatro estrelas. O selênio sofreu interferências em todos os níveis de adição testados, indicado pela classificação com uma única estrela (Figura 4).

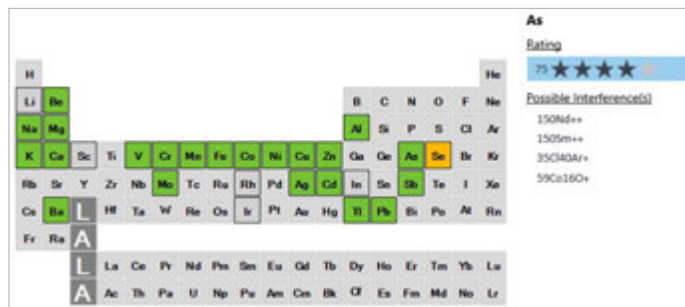
As adições subsequentes aumentaram a interferência no As (e no Se), e cada nível de intensidade reduziu a confiança da classificação por estrelas naquela medição.



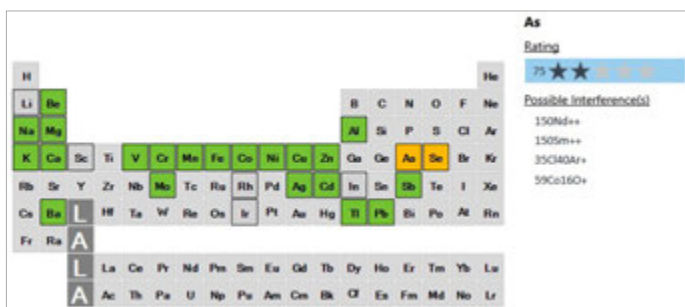
**Figura 4.** SRM NIST1643f com adição de 0,1 ppm de REE. O selênio apresenta classificação de uma estrela, indicando fortes interferências do Nd<sup>2+</sup> e do Sm<sup>2+</sup>.



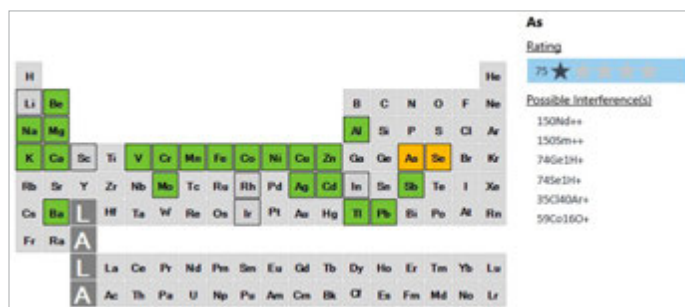
**Figura 5a.** SRM NIST1643f sem adições. Todos os elementos no mapa de intensidade da classificação por estrelas do IntelliQuant estão verdes, indicando que não há problemas. O arsênio apresenta uma classificação de cinco estrelas, indicando que não há problemas conhecidos.



**Figura 5b.** SRM NIST1643f com adição de 0,1 ppm de REE. O selênio apresenta um problema (célula laranja) e a classificação por estrelas do As foi rebaixada, indicando uma possível interferência de baixo nível do Nd<sup>2+</sup> e do Sm<sup>2+</sup>.



**Figura 5c.** SRM NIST1643f com adição de 1 ppm de REE. A confiança no resultado do As foi rebaixada para duas estrelas e é exibida em laranja, indicando uma forte interferência do Nd<sup>2+</sup> e do Sm<sup>2+</sup>.



**Figura 5d.** SRM NIST1643f com adição de 10 ppm de REE. A confiança no resultado do As é baixa, uma única estrela indica uma forte interferência do Nd<sup>2+</sup> e do Sm<sup>2+</sup>.

A Tabela 2 exibe os resultados e as recuperações do SRM sem adições. Todas as recuperações foram aceitáveis e o IntelliQuant não identificou nenhum problema de medição para a amostra sem adições.

**Tabela 2.** Dados de recuperação do SRM NIST1643f. As concentrações certificadas (Cert.) e as concentrações medidas (Conc.) são exibidas como µg L<sup>-1</sup>.

Elemento	Cert.	Conc.	% de 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
60 Ni	59,8	60,1	101

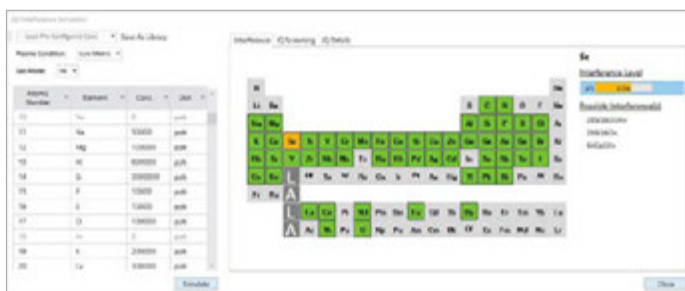
Elemento	Cert.	Conc.	% de rec.
63 Cu	21,66	21,78	101
66 Zn	74,4	76,3	103
75 As	57,42	58,93	103
78 Se	11,700	11,990	102
95 Mo	115,3	125,3	109
107 Ag	0,9703	0,977	101
111 Cd	5,89	5,88	100
121 Sb	55,45	55,35	100
137 Ba	518,2	527,1	102
205 Tl	6,892	6,812	99
208 Pb	18,488	18,569	100

## Simulador de interferência do IntelliQuant

O simulador de interferência no ICP-MS MassHunter 5.3 e versões posteriores permite que o analista teste interferências simuladas em várias matrizes sem rodar uma amostra, nem mesmo ignitar o plasma.

Usando o banco de dados de interferências criado para a classificação por estrelas, o simulador do IntelliQuant calcula as possíveis interferências nos modos de célula e plasma selecionados.

O usuário pode selecionar a partir de matrizes de exemplo, fazendo todas as edições desejadas e as salvando como matrizes de amostras personalizadas.



**Figura 6.** O simulador de interferência do IntelliQuant permite que o usuário experimente sem preparar soluções e nem mesmo ignitar o plasma.

## Compatibilidade de dados

O IntelliQuant e a classificação por estrelas são compatíveis com quaisquer dados do QuickScan adquiridos usando o ICP-MS MassHunter. Essa compatibilidade significa que todos os dados, independentemente do tipo ou da idade do instrumento, podem ser reprocessados usando o IntelliQuant<sup>1</sup>.

Os recursos são compatíveis com dados do ICP-MS Agilent 7700, 7800, 7850 e 7900, e do ICP-QQQ Agilent 8800 e 8900.

<sup>1</sup> O desempenho dependerá do uso de condições de plasma predefinidas e do modo de colisão com hélio.

[www.agilent.com/chem/icp-ms](http://www.agilent.com/chem/icp-ms)

DE07391022

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Publicado nos EUA em 28 de maio de 2024  
5994-7441PTBR