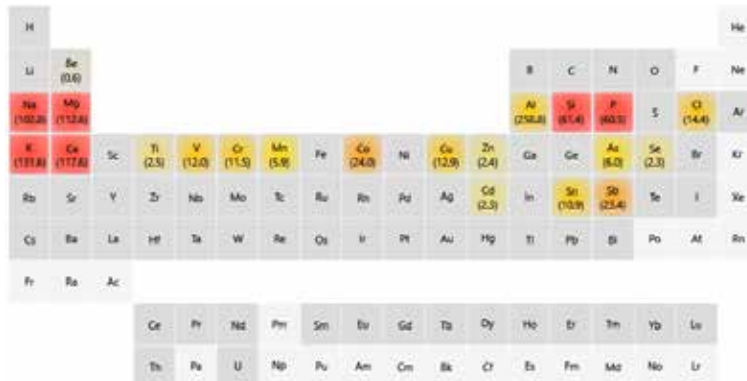


IntelliQuant Software von Agilent

Mehr Erkenntnisse über Proben und einfachere Methodenentwicklung



H																	He	
Li	Be (9.0)											B	C	N	O	F	Ne	
Na (22.99)	Mg (24.31)											Al (26.98)	Si (28.09)	P (30.97)	S (32.07)	Cl (35.45)	Ar	
K (39.10)	Ca (40.08)	Sc	Ti (47.88)	V (50.94)	Cr (52.00)	Mn (54.94)	Fe (55.85)	Cu (63.55)	Ni (58.71)	Zn (65.38)	Ga	Ge (72.64)	As (74.92)	Se (78.96)	Br	Kr		
Rb	Sr	Y	Zr (91.22)	Nb (92.91)	Mo (95.94)	Tc	Ru (101.07)	Rh (102.91)	Pd (106.42)	Ag (107.87)	Cd (112.41)	In	Sn (118.71)	Sb (121.76)	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf (178.49)	Ta (180.95)	W (183.84)	Re	Os (190.23)	Ir (192.22)	Pt (195.08)	Au (196.97)	Hg (200.59)	Tl	Pb (207.2)	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Einführung

Während die ICP-OES-Geräte weiterhin hauptsächlich für die quantitative Elementanalytik eingesetzt werden, liefert die semiquantitative Analyse zusätzliche Informationen, die wertvolle Erkenntnisse über die Proben bieten. Die Aufnahme und Interpretation semiquantitativer Daten kann bei vielen ICP-OES-Geräten jedoch genauso zeitaufwändig sein wie die Aufnahme vollständiger quantitativer Daten. Die Nutzer von ICP-OES-Geräten diesen Typs erkennen unter Umständen nicht das ganze Potential der semiquantitativen Datenerfassung.

Die Agilent 5800 und 5900 ICP-OES-Geräte enthalten IntelliQuant, ein leistungsstarkes, speziell für semiquantitative Analysen vorgesehenes Tool, mit dem Sie die Zusammensetzung der Elemente in Ihrer Probe besser verstehen. IntelliQuant kann zur Verbesserung herkömmlicher quantitativer Methoden oder zur schnellen Aufnahme eigenständiger semiquantitativer Ergebnisse mit minimalem Aufwand für Voreinstellungen eingesetzt werden.

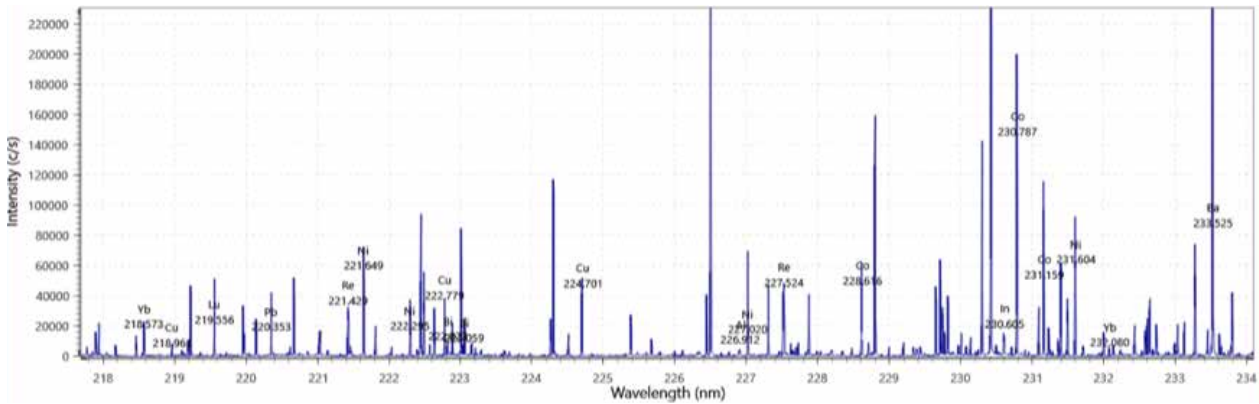


Abbildung 1: Ausschnitt der Scandaten aus einem mit IntelliQuant aufgenommenen Gesamtspektrum. Die Informationen liefern analytische Erkenntnisse über die Probe, die für die Methodenentwicklung hilfreich sind.

Was ist IntelliQuant?

Als Teil der Agilent ICP Expert-Software ist IntelliQuant eine schnelle Routine für die Erfassung semiquantitativer Daten für die ICP-OES (1). IntelliQuant nimmt für jede Probe Daten im gesamten Spektralbereich von 167 bis 785 nm auf und bietet damit umfangreiche Daten, die nicht bei allen ICP-OES-Geräten zur Verfügung stehen. Ein IntelliQuant-Scan bietet schnelle Erkenntnisse über eine Probe, wenn der Scan als Teil einer quantitativen Methode durchgeführt wurde.

Der Ausschnitt eines Gesamtspektrums in Abbildung 1 zeigt die relative Abundanz der Elemente in einer Probe, aufgenommen mit IntelliQuant. Die Informationen können bei der Methodenentwicklung verwendet werden, um spektrale Störungen zu vermeiden, mögliche Verdünnungsfaktoren zu bestimmen, die Festlegung des Kalibrierungsbereichs für jedes Element zu unterstützen und die Art der Plasmabeobachtung auszuwählen.

Automatische Identifizierung der Elemente

Nach der Aufnahme eines vollständigen Spektrums identifizieren die Algorithmen von IntelliQuant, welche Elemente in der jeweiligen Probe vorliegen. Dazu ist kein Eingreifen des Anwenders erforderlich, da das Verfahren voll automatisiert ist. Die Algorithmen nutzen eine Datenbank der Atom- und Ionenemissionslinien, um Analytpeaks vom Rauschen und von Interferenzen zu unterscheiden.

Auswahl der besten Wellenlängen

Wurde eine Probe mit IntelliQuant analysiert, bietet die Bewertungsfunktion mithilfe von Sternen eine Liste der am besten für die Analyse aller in der Probe vorhandenen Elemente zu verwendenden Wellenlängen. Für jede Wellenlänge wird eine Bewertung mit unterschiedlich vielen Sternen erstellt, die die Erkennung von Störungen unterstützt, wie in Abbildung 2 gezeigt. Durch die Bestimmung, ob ein möglicherweise störendes Element in einer Probe vorliegt oder nicht, macht IntelliQuant die Auswahl der Wellenlänge für die Berichterstellung oder die Anpassung der quantitativen Methode wesentlich einfacher. Die Nutzer können es auch vermeiden, Ergebnisse in Berichte aufzunehmen, die durch eine Störung beeinträchtigt wurden.

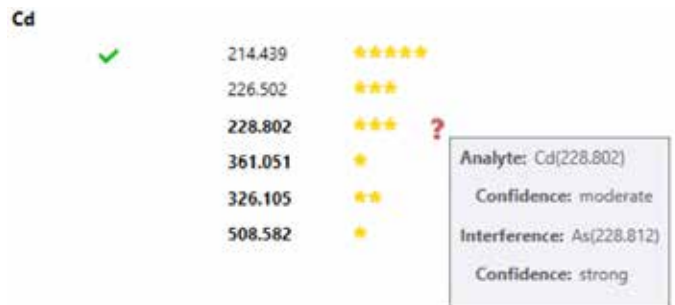


Abbildung 2: IntelliQuant gibt mit einer Bewertung mit vielen Sternen und einem grünen Häkchen die beste Wellenlänge für den Analyten an. Vermutete Störungen für eine Analytwellenlänge werden mithilfe des Bewertungssystems mit wenigen Sternen hervorgehoben. Mögliche spektrale Überlappungen können angezeigt werden, indem man mit der Maus über das rote Fragezeichen fährt.

Semiquantitative Ergebnisse für die Konzentrationen

IntelliQuant enthält bereits gemessene Kalibrierungen, die zur Berechnung semiquantitativer Ergebnisse für jedes in der Probe nachgewiesene Element verwendet werden können. Kalibrierungen stehen für alle verfügbaren Beobachtungsmodi (axial, radial, Vertikales Dual View und Synchrones Vertikales Dual View) zur Verfügung, um zu gewährleisten, dass alle Nutzer Zugriff auf eine Standardkalibrierung, die für ihr Gerät geeignet ist, haben. Für eine bessere Genauigkeit können Standardkalibrierungen oder andere vorhandene Kalibrierungen aktualisiert werden, indem nach der Datenerfassung einzelne Standards erneut gemessen oder weitere Kalibrierungsstandards hinzugefügt und gemessen werden. Diese Flexibilität ist für jene Nutzer wichtig, die regelmäßig die Kalibrierung nur für eine Auswahl an Elementen und nicht für alle Elemente aktualisieren wollen.

Es können auch einfach eigene IntelliQuant-Kalibrierungen erstellt und gemessen werden. Benutzerdefinierte Kalibrierungen können vollständig kundenspezifisch sein und eine beliebige Auswahl an Elementen, die im vom Nutzer gewünschten Konzentrationsbereich gemessen wurden, enthalten.

Smart Views

Die Smart Views-Funktion bietet den Anwendern eine einfache Filterfunktion für ihre IntelliQuant-Daten, so dass nur die relevanten Ergebnisse angezeigt werden und damit ein Übersehen wichtiger Erkenntnisse aus den Daten vermieden wird. In den Smart Views können für die Anzeige in unterschiedlichen Farben Schwellenwerte auf Basis der Konzentration festgelegt werden, um auf Ergebnisse hinzuweisen, die im Vergleich mit den benutzerdefinierten Werten untypisch hoch oder niedrig sind. Die Anwender können auch genau die Ergebnisse der Elemente auswählen, die sie sehen möchten, und können auf der Grundlage der Konzentration Regeln festlegen, welche Lösungen in der Ergebnisliste angezeigt werden. Werden beispielsweise 500 Lösungen mit IntelliQuant analysiert, kann Smart Views eingesetzt werden, um die Ergebnisliste sofort so zu filtern, dass nur die Lösungen angezeigt werden, die ein wichtiges Element oberhalb einer festgelegten Konzentration enthalten.

Die Nutzer können jederzeit die auf ihre Ergebnisse angewandten Smart Views ändern oder neue Smart Views erstellen und speichern, auch während der Datenerfassung.

Erkenntnisse über Proben mit IntelliQuant

IntelliQuant liefert wichtige Erkenntnisse über Proben, die ganz unterschiedlich je nach Ziel und Umfang der Analyse verwendet werden können.

Probenscreening

IntelliQuant kann in unbekanntem und nicht charakterisierten Proben innerhalb von Sekunden bis zu 70 Elemente erkennen und semiquantitative Ergebnisse für sie abschätzen. Dadurch ist IntelliQuant ein ideales Tool für Probenscreenings. Durch die Darstellung der Ergebnisse in unterschiedlichen Farben im Periodensystem ist auf einen Blick zu sehen, welche Elemente in der Probe vorhanden sind und auf welchem Konzentrationsniveau (Abbildung 3). Mit den Standardeinstellungen werden Elemente, die in geringen Konzentrationen vorliegen, gelb dargestellt, Elemente in mittleren Konzentrationen orange und Elemente in hohen Konzentrationen rot. Die Schwellenwerte für diese Konzentrationen können in den Smart Views von den Nutzern selbst eingestellt werden.

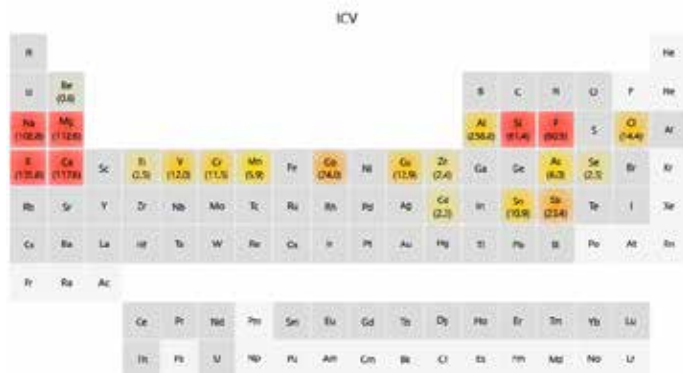


Abbildung 3: Mit IntelliQuant ist eine Visualisierung des Probeninhalts unter Anwendung einer Farbkodierung der nachgewiesenen Elemente und auf Grundlage der benutzerdefinierten Schwellenwerte für die jeweiligen Konzentrationen möglich.

Erkennung von Fehlern bei der Probenvorbereitung

IntelliQuant kann dazu verwendet werden, Fehler bei der Probenvorbereitung zu erkennen. Die Zugabe einer falschen Säuremenge beim Aufschluss der Probe kann beispielsweise zu einem ungenügenden Aufschlussresultat und damit zur Generierung falscher Analyseergebnisse führen. Solche Fehler sind schwer nachzuvollziehen. IntelliQuant kann aber so eingestellt werden, dass Ergebnisse mit geringen Chlorwerten für die Probe markiert werden. Durch eine schnelle Überprüfung der IntelliQuant-Ergebnisse können Analytiker erkennen, ob Cl in der Probe vorliegt. So wissen sie, ob der Aufschluss korrekt durchgeführt wurde oder nicht, bevor die Ergebnisliste erstellt wird. Dieser Ansatz ist für die meisten zum Aufschluss von Proben verwendeten Säuren geeignet.

Auch wenn IntelliQuant eine ICP-OES-Technik ist, muss der Einsatz nicht auf typische ICP-OES-Proben beschränkt bleiben. IntelliQuant kann Erkenntnisse über Proben liefern, die für die Analyse mittels ICP-MS, AAS, eine Chromatographieart oder auch Titration vorbereitet wurden.

Qualitätskontrolle von Reagenzien

Unterschiede bei der Herstellung von verschiedenen Reagenzienchargen sind eine häufige Ursache für abweichende Analyseergebnisse. Mit IntelliQuant kann die Zusammensetzung von zwei oder mehreren Reagenzienchargen einfach verglichen werden, sobald diese hergestellt sind. Eventuelle Unterschiede werden sofort hervorgehoben und mögliche Fehler können behoben werden, bevor die Qualität der Endergebnisse beeinträchtigt wird. Mit IntelliQuant ist es einfach möglich, die Qualität der für die Analyse mittels ICP-OES oder anderer analytischer Methoden verwendeten Reagenzien zu bestätigen.

Vereinfachung der Methodenentwicklung und Hilfe bei der Validierung von Ergebnissen

Der Störungsvermeidungsalgorithmus von IntelliQuant bietet detaillierte Informationen über mögliche Störungen für jedes nachgewiesene Element, welche Wellenlängen dies betrifft und welche Wellenlängen wahrscheinlich störungsfrei sind.

Die Informationen sind bei der Methodenentwicklung hilfreich, aber sie können auch als leistungsstarkes Werkzeug bei der Validierung von Ergebnissen in vorhandenen Methoden eingesetzt werden. Ist man sich nicht sicher, ob ein Ergebnis einer quantitativen Methode von einer Störung beeinträchtigt wurde, kann IntelliQuant zusätzliche Informationen liefern. Durch die Identifizierung wahrscheinlicher Störungen bei einer in einer quantitativen Methode verwendeten Wellenlänge eines Elements kann IntelliQuant erkennen, welches Element die Störung verursacht.

Es kann dann ausgewählt werden, wie die Störung behoben werden soll. Hierfür kann entweder eine andere Wellenlänge ausgewählt werden oder das Ergebnis kann mittels Fast Automated Curve-Fitting Technique (FACT) oder Interelementkorrektur (IEC) korrigiert werden.

Label	Date	Al mg/L	As mg/L	Ca mg/L	Cu mg/L	Fe mg/L	K mg/L	Mg mg/L	Mn mg/L	Na mg/L	P mg/L	Pb mg/L	S mg/L	Sb mg/L	Si mg/L	Ti mg/L	Zn mg/L	Cl Unadj	N %
Soil 1	2019-08-05 12:30:30	176.23	23.44	38.35	62.19	604.17	71.31	63.13	30.82	10.52	16.73	79.87	112.95	10.52	10.50	12.29	54.48	2.44	2.36
Soil 2	2019-08-05 12:30:51	181.58	24.20	36.02	53.64	645.12	72.89	65.04	31.47	10.23	15.19	83.64	112.69	10.23	11.48	12.94	55.89	2.20	2.42
Soil 3	2019-08-05 12:31:31	187.33	24.21	38.17	53.70	657.96	73.71	66.85	33.25	10.38	14.97	83.96	114.23	10.38	10.70	15.08	54.76	2.21	2.63
Soil 4	2019-08-05 12:32:17	199.84	23.90	40.33	53.45	708.05	85.68	71.60	32.71	11.05	14.62	83.32	112.50		9.03	16.94	52.60		2.20
Soil 5	2019-08-05 12:33:23	186.25	23.49	37.04	47.33	657.96	74.23	64.89	31.31	10.49	13.55	81.71	110.29	10.49	10.92	13.98	52.00	2.49	2.51

Abbildung 4: Ergebnisanzeige einer IntelliQuant-Analyse in der Software: Probleme mit der Probe „Soil 4“ sind hervorgehoben. Sb und Cl sind in der Probe nicht vorhanden.

Erkennung chemischer Inkompatibilitäten in einer Probe

Sind die Analyseergebnisse von Proben niedriger als erwartet, gibt es für den Fehler mehrere Ursachen wie beispielsweise das Vorliegen einer chemischen Inkompatibilität zwischen Elementen der Probe. IntelliQuant kann zur Erkennung solcher chemischen Inkompatibilitäten zwischen Elementen als mögliche Ursache für ein Problem verwendet werden. Das Ergebnis einer quantitativen Analyse für Barium kann beispielsweise zu niedrig erscheinen. Möglicherweise haben große Mengen an Sulfat in der Probe dazu geführt, dass das Barium ausgefallen ist, bevor die Messung durchgeführt werden konnte. Schwefel war unter Umständen nicht Teil der quantitativen Methode, wird aber bei einer IntelliQuant-Analyse erkannt und semiquantifiziert. Die IntelliQuant-Ergebnisse liefern alle zur Erkennung des Problems erforderlichen Informationen und vermeiden, dass falsche Daten in den endgültigen Probenbericht aufgenommen werden.

Beispielanalyse

Im folgenden Beispiel wurden fünf Replikate einer Bodenprobe in Königswasser aufgeschlossen und mit einem Agilent 5900 SVDV ICP-OES und IntelliQuant analysiert. Die semiquantitativen Ergebnisse für die Konzentrationen aller nachgewiesenen Elemente in den Duplikatproben zeigen eine gute Reproduzierbarkeit in allen Fällen, außer für einige Elemente in der Probe „Soil 4“.

Die Smart Views-Routine wurde angewandt, um die Ergebnisse zu filtern. Abbildung 4 wurde für die Zusammenfassung der Ergebnisse der wichtigsten relevanten Elemente in Bodenproben erstellt. Die Ergebnistabelle weist auf ein Problem mit Sb und Cl in der Probe „Soil 4“ hin. Das Fehlen von Cl lässt vermuten, dass die Probe falsch vorbereitet und nur Salpetersäure verwendet wurde und nicht Königswasser.

Mit IntelliQuant erhalten Sie diese Art von Erkenntnissen über Proben mit nur einem oder zwei Mausklicks. IntelliQuant mit Smart Views ermöglicht das schnelle und einfache Erkennen unnormaler Ergebnisse und die Untersuchung ihrer Ursachen, bevor falsche Daten in einen Bericht aufgenommen werden.

Literatur

1. Agilent ICP Expert-Software: Powerful software with smart tools for ICP-OES, Agilent Publikation, 5994-1517EN