

Agilent IntelliQuant-Screening

Intelligentere und schnellere semiquantitative Analytik in der ICP-OES



Einführung

Das Standardtool zur semiquantitativen Analyse in Agilent IntelliQuant, das im Basispaket der ICP Expert-Software enthalten ist, bietet zusätzliche Erkenntnisse über die Probe, da Messungen des gesamten Wellenlängenspektrums aufgenommen und interpretiert werden, wobei nur wenige Angaben des Anwenders erforderlich sind (1). Das IntelliQuant-Screening, das Teil des Pro-Pakets für ICP Expert ist, weitet die IntelliQuant-Funktionen noch weiter aus (2). Mit dem IntelliQuant-Screening können innerhalb von Sekunden Daten erfasst werden, ohne auswählen zu müssen, welche Elemente bei welcher Wellenlänge analysiert werden sollen.

Snapshot-Modus

Das IntelliQuant-Screening erfasst die Daten des Gesamtspektrums im sogenannten „Snapshot“-Modus noch schneller als mit der Standardversion von IntelliQuant. Dieser neue Messmodus nutzt die Geschwindigkeit und Leistung des Agilent VistaChip II CCD-Detektors, um in weniger als fünf Sekunden Gesamtmesszeit ein Gesamtspektrum jeder Probe aufzunehmen.

Ist die Aufnahme des Gesamtspektrums für jede Probe abgeschlossen, überprüft IntelliQuant die Daten und legt automatisch fest, welche Wellenlänge für jedes Element die besten Ergebnisse liefert. Der IntelliQuant-Algorithmus bewertet die Intensität des Analytpeaks, die Konsistenz des Untergrunds in Nachbarschaft zum Peak und die Wahrscheinlichkeit spektraler Störungen von anderen in der Probe gefundenen Elementen. Die IntelliQuant-Berichte enthalten qualitativ hochwertige, zuverlässige Ergebnisse, ohne dass der Anwender über besonderes Wissen in der Spektroskopie verfügen muss. Der Analytiker kann sich sicher sein, dass die Daten auf störungsfreien Messungen in dem im Snapshot-Modus gültigen Intensitätsbereich beruhen.

Trendanalyse und Probenscreening

Die ICP-OES wird in vielen Branchen häufig zur semiquantitativen Trendanalyse eingesetzt. Die Trendanalysen werden dazu verwendet, relative Ergebnisse unterschiedlicher Probenchargen oder zeitabhängige Veränderungen von Lösungen zu bestimmen. Das IntelliQuant-Screening verbessert die Möglichkeiten für Trendanalysen mit dem ICP-OES in mehrfacher Hinsicht.

Die Nutzer des IntelliQuant-Screenings haben Zugriff auf alle Smart View-Standardfunktionen von IntelliQuant sowie auf weitere graphische Darstellungen der Trendanalysen. Die neuen Visualisierungsoptionen sind beispielsweise die Darstellung als Torten- und Balkendiagramm. Der Analytiker kann einfach von der Anzeige der Ergebnisse als Konzentrationen zur Anzeige der Anteile in Prozent des gesamten gemessenen Probengehalts umschalten. Abbildung 1 zeigt die semiquantitativen Ergebnisse für ausgewählte Elemente im Referenzmaterialstandard für industriellen Schlamm NIST 2782 in Prozent. Die visuelle Darstellung der Ergebnisse ermöglicht ein schnelles Erfassen von Ergebnissen außerhalb des definierten Bereichs und die Untersuchung der Ursache. Eine erhöhte Konzentration eines Elements kann die Folge eines Fehlers bei der Probenvorbereitung sein oder auf eine untypische Probe zurückgehen.

Schnelles Screening von Proben

Mit dem Ventilsystem AVS 6/7 von Agilent ermöglicht das IntelliQuant-Screening im Snapshot-Modus die Aufnahme von Gesamtspektren mit einer Geschwindigkeit von 15 Sekunden pro Probe. Diese Technik liefert schnelle Erkenntnisse über die Proben. Dies ist hilfreich, wenn Proben dahingehend beurteilt werden sollen, ob sie für die Analyse mit einer anderen Technik, beispielsweise der ICP-MS, geeignet sind. Das Screening von Proben kann Zeit sparen, da Probleme vermieden werden, die ohne diese Erkenntnisse zur Zusammensetzung oder Konzentration von Proben auftreten könnten.

Smart Views

Die Smart Views-Funktion in IntelliQuant bietet eine einfache Filterfunktion der Screeningdaten, sodass 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.

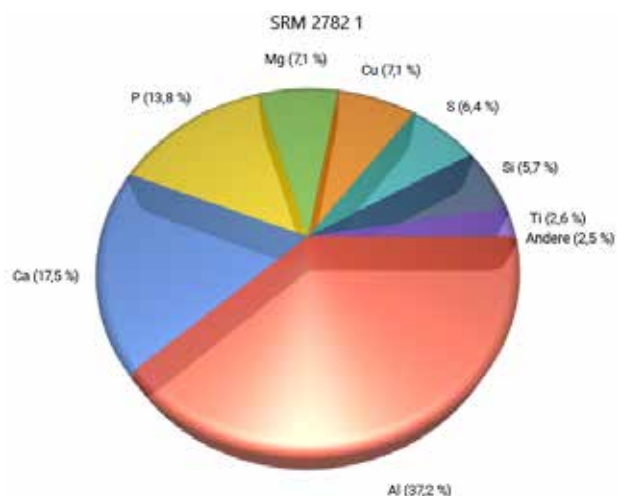


Abbildung 1: Darstellung der Probenzusammensetzung in Prozent für benutzerdefinierte Elemente, in Echtzeit in der IntelliQuant Screening-Oberfläche generiert.

Methodenentwicklung

Das IntelliQuant-Screening ist bei technisch schwieriger und zeitaufwändiger Methodenentwicklung hilfreich, da keine Auswahl von Elementen und keine Vorkenntnisse über den Inhalt der Proben erforderlich sind. Die Methodenentwicklung war bisher eher das Arbeitsgebiet von erfahrenen Analytikern, da ein umfangreiches Fachwissen im Bereich der ICP-OES erforderlich war. Dies ist heute nicht mehr der Fall, da das IntelliQuant-Screening das erforderliche Instrumentarium für die Entwicklung quantitativer Methoden für weniger erfahrene Anwender bereithält.

Das IntelliQuant-Screening verwendet ein einfach interpretierbares Bewertungssystem mit Sternen, das angibt, bei welchen Analytwellenlängen wahrscheinlich mit spektralen Störungen, Untergrundänderungen oder schlechter Empfindlichkeit für die zu messenden Proben zu rechnen ist (siehe Abbildungen 2 und 3). Analytwellenlängen, die nicht gestört werden oder wahrscheinlich eine bessere Empfindlichkeit erzielen als andere Wellenlängen, erhalten bei der Bewertung mehr Sterne. Wellenlängen mit Störungen oder mit schlechter Empfindlichkeit erhalten weniger Sterne. Diese Informationen, die für jede Probe durch das IntelliQuant-Screening individuell erhalten werden, helfen bei der Entscheidung, welche Analytwellenlänge in die quantitativen Methoden aufgenommen werden sollen.

Wellenlänge	Bewertung
214,439	★★★★★
226,502	★★★
228,802	★★★ ?
361,051	★
326,105	★★
508,582	★

Analyt: Cd(228,802)

Zuverlässigkeit: mittel

Störendes Element: As(228,812)

Zuverlässigkeit: groß

Abbildung 2: IntelliQuant gibt mit einer Bewertung mit vielen Sternen und dem 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.

Schnelles Screening von Proben

Der Arbeitsablauf für die Methodenentwicklung mit dem IntelliQuant-Screening gliedert sich in drei einfache Schritte:

1. Proben mit dem IntelliQuant-Screening analysieren

Die Erstellung einer IntelliQuant-Screening-Analyse für Ihre unbekanntes Proben ist einfach und erfolgt intuitiv. Es ist keine Anpassung der Methode erforderlich: Fügen Sie einfach Ihre Proben hinzu und starten Sie die Messung.

2. Empfohlene Wellenlängen zur quantitativen Methode hinzufügen

Nach jeder Messung einer Probe zeigt die IntelliQuant-Benutzeroberfläche eine Liste der empfohlenen Wellenlängen für jedes in der Probe nachgewiesene Element an. Das Bewertungssystem von IntelliQuant mit Sternen ist eine einfache Art, festzulegen, welche Wellenlänge wahrscheinlich die besten Ergebnisse für das jeweilige Element in der Probe erzielt. IntelliQuant kennzeichnet die beste Wellenlänge mit einem grünen Häkchen.

Es können auch mehrere Wellenlängen gleich viele Sterne bei der Bewertung als von IntelliQuant bevorzugte Wellenlänge (mit grünem Häkchen) erhalten. Ist dies der Fall, sollten alle Wellenlängen mit gleicher Sternanzahl in die quantitative Methode aufgenommen werden.

Wellenlänge	Bewertung
188,980	★★★★★
193,696	★★★★★
234,984	★★★
200,334	★★★★★

Abbildung 3: IntelliQuant bewertet die Ergebnisse von zwei Wellenlängen für Arsen mit fünf Sternen. Dies zeigt an, dass beide Wellenlängen für die quantitative Methode geeignet sind.

3. Quantitative Methode mit aktiviertem IntelliQuant durchführen

Sie können nun ein quantitatives Arbeitsblatt mit den von IntelliQuant für Ihre Proben empfohlenen Wellenlängen erstellen. Falls möglich, ist es ratsam, mehrere Wellenlängen für jedes Element anzugeben, um störungsfreie Ergebnisse für alle Proben, die Sie mit der neuen Methode messen wollen, zu gewährleisten.

Wenn Sie unbekanntes Proben mit der neuen quantitativen Methode analysieren, können Sie weiterhin IntelliQuant-Messungen vornehmen. Mit den IntelliQuant-Daten können Sie alle auftretenden Störungen untersuchen, die in den zur Methodenentwicklung verwendeten Proben nicht vorlagen. Mit diesen Erkenntnissen können Sie die Methode optimieren, indem Sie mittels Fast Automated Curve-Fitting Technique (FACT) oder Interelementkorrektur (IEC) weitere Wellenlängen auswählen oder die Auswahl von Wellenlängen aufgrund vorliegender Interferenzen korrigieren.

Literatur

1. IntelliQuant Software von Agilent: Mehr Erkenntnisse über Proben und einfachere Methodenentwicklung, Agilent Publikation, 5994-1516DEE
2. Agilent ICP Expert-Software: Powerful software with smart tools for ICP-OES, Agilent Publikation, 5994-1517EN

www.agilent.com/chem

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Gedruckt in den USA, 15. November 2019
5994-1518DEE