



Optické emisní spektrometry s indukčně buzeným plazmatem

IntelliQuant®

Více informací o vzorku a snazší vývoj metod

H																	He	
Li	Be (0.6)											B	C	N	O	F	Ne	
Na (102.8)	Mg (112.6)											Al (258.8)	Si (61.4)	P (60.5)	S	Cl (14.4)	Ar	
K (131.6)	Ca (117.6)	Sc	Ti (2.5)	V (12.0)	Cr (11.5)	Mn (5.9)	Fe	Co (24.0)	Ni	Cu (12.9)	Zn (2.4)	Ga	Ge	As (6.0)	Se (2.3)	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd (2.3)	In	Sn (10.9)	Sb (23.4)	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	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		

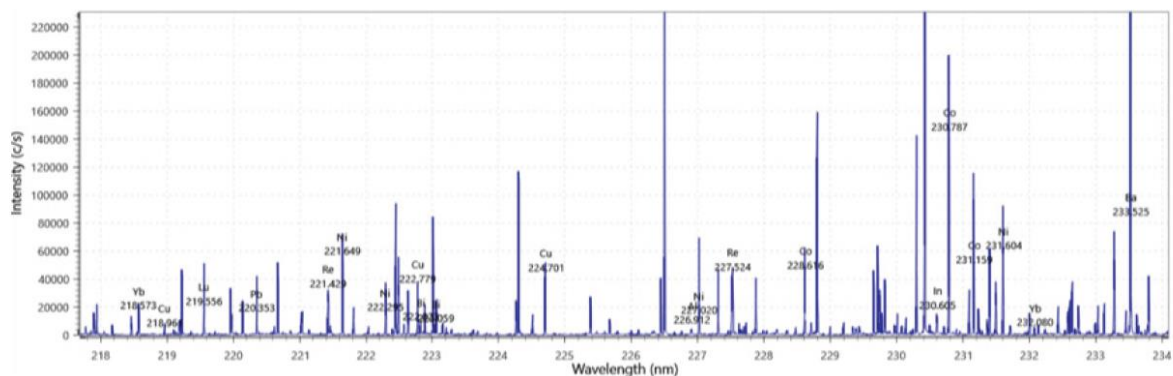
Úvod

Zatímco kvantitativní prvková analýza zůstává hlavním úkolem instrumentace ICP-OES, semikvantitativní analýza poskytuje rozšířené informace, což analytikovi umožňuje dozvědět se více o vzorcích. Sběr a interpretace semikvantitativních dat může na mnoha ICP-OES spektrometrech představovat operaci stejně časově náročnou, jako je sběr plně kvantitativních dat. Uživatelé těchto typů ICP-OES tak pravděpodobně nikdy nemohou odhalit plný potenciál semikvantitativních dat.

ICP-OES Agilent 5800 a 5900 zahrnují ve svém softwaru IntelliQuant – nástroj pro semikvantitativní analýzu, který Vám umožní lépe porozumět prvkovému složení Vašich vzorků. IntelliQuant je možné využít k optimalizaci běžných kvantitativních metod nebo k získání samostatných semikvantitativních výsledků a to rychle a bez složitého nastavování.



HPST



Obrázek 1. Část skenovaných dat v celém spektru shromážděných IntelliQuantem. Tyto informace poskytují užitečný analytický náhled na vzorek a to napomáhá při vývoji metod.

Co je IntelliQuant?

IntelliQuant je softwarový nástroj, který je běžnou součástí softwaru Agilent ICP Expert. Slouží pro rychlý semikvantitativní sběr dat při ICP-OES analýzách. Pro každý vzorek shromažďuje data z celého spektra od 167 – 785 nm. Pokud je využíván v průběhu kvantitativních metod, slouží tento scan spektra jako nástroj pro rychlé získání znalosti o kompletním prvkovém složení Vašich vzorků.

Část skenu celého spektra na Obrázku 1. ukazuje relativní zastoupení jednotlivých kovů v daném vzorku pomocí IntelliQuantu. Tyto informace lze dále využít v rámci vývoje metody pro volbu vhodných čar nezatížených spektrálními interferencemi, ke zvolení případných ředících faktorů, nebo ke stanovení kalibračních rozsahů pro každý prvek, či k volbě směru pozorování plazmatu.

Automatická identifikace prvku

Pokročilé algoritmy funkce IntelliQuant po naskenování celého spektra identifikují, které prvky jsou přítomny v daném vzorku. Tento proces je plně automatický a nevyžaduje žádné zásahy uživatele. K rozlišení píku analytu od šumu a interferencí využívají tyto algoritmy databáze atomových a iontových emisních čar uložené v rámci softwaru.

Výběr nejlepších vlnových délek

Jakmile je vzorek změřen pomocí IntelliQuantu jsou pomocí symbolů hvězdiček navrženy nejvhodnější vlnové čáry ke kvantitativní analýze každého prvku přítomného ve vzorku. Hvězdičkami jsou také označeny ostatní emisní čáry daného prvku. To napomáhá k identifikovat interferencí viz. Obrázek 2. Díky schopnosti IntelliQuantu určit zda je potenciálně interferující prvek přítomen ve Vašem vzorku je volba emisních čar pro tvorbu kvantitativní metody, nebo pro reportování dat mnohem snazší.



Cd			
	✓	214.439	*****
		226.502	***
		228.802	*** ?
		361.051	*
		326.105	**
		508.582	*

Analyte: Cd(228.802)
 Confidence: moderate
 Interference: As(228.812)
 Confidence: strong

Obrázek 2. IntelliQuant označí nejvhodnější vlnovou čáru analytu pomocí ohodnocení jednotlivých čar prvku hvězdičkami a zeleným odfajfkováním. Zdůrazňuje také podezření na interference na vlnových délkách analytu pomocí nízkého ohodnocení hvězdičkami. Potenciální spektrální překryvy lze identifikovat najetím na červený otazník.

Výsledky semikvantitativních měření

IntelliQuant obsahuje předem vytvořené kalibrace, které mohou být používány k výpočtu semikvantitativních koncentrací všech prvků, které jsou detekovány ve vzorku. V rámci daného instrumentu jsou připravené kalibrační řady pro všechny pozorovací módy - tedy axiální, radiální, Vertikální Dual View či Synchronní Vertikální Dual View a je zajištěno, že uživatelé mají přístup k výchozím kalibracím vhodným pro typ jejich přístroje (5800 RV, VDV; 5900 SVDV). Pro zvýšení přesnosti mohou být výchozí nebo jiné existující kalibrace aktualizovány přeměření vlastních standardů, nebo rozšířeny doměření většího počtu kalibračních bodů. Toto je také hlavním přínosem pro ty uživatele, kteří upřednostňují pravidelné recalibrace jen několika prvků, oproti recalibracím prvků všech.

Uživatelé také mohou snadno vytvářet a měřit své vlastní kalibrace pro funkci IntelliQuant. Takovéto kalibrace mohou být plně přizpůsobeny a mohou zahrnovat libovolné prvky a ty mohou být měřeny v potřebném koncentračním rozsahu.

Smart Views

Funkce Smart Views (chytré zobrazení) poskytuje uživatelům jednoduchý způsob, jak filtrovat naměřená data z IntelliQuantu tak, aby byly zobrazeny jen ty výsledky IntelliQuant, které Vás zajímají, což data zpřehledňuje a minimalizuje se tak riziko přehlédnutí důležitých výsledků v záplavě čísel, která však nejsou předmětem Vašeho zájmu. V rámci Smart Views lze definovat prahové hodnoty koncentrací, při kterých budete upozorněni barevným označením těch výsledků, které jsou ve srovnání s Vámi definovanými hodnotami abnormálně nízké nebo vysoké. Uživatelé si také mohou přesně vybrat, které výsledky chtějí mít zobrazeny, a mohou také definovat pravidla založená na koncentracích prvků, která určí, které vzorky budou zobrazeny ve výsledkové tabulce. Pokud například analytik analyzuje 500 vzorků pomocí IntelliQuantu, může pomocí Smart Views okamžitě vyfiltrovat list výsledků a zobrazit v něm pouze ty vzorky, které obsahují daný prvek v koncentraci vyšší než je námi definovaná mez.

Uživatel může kdykoliv změnit, která pravidla Smart Views jsou na výsledky použita nebo vytvořit a uložit pravidla nová a to i v průběhu měření.



Hlubší porozumění Vašemu vzorku díky IntelliQuant

IntelliQuant poskytuje důležité informace o vzorcích, které lze použít různými způsoby, v závislosti na cílech a rozsahu analýzy.

Screening vzorků

IntelliQuant dokáže během několika sekund identifikovat a vypočítat semikvantitativní koncentrace až 70 prvků v neznámých a necharakterizovaných vzorcích, což z něj dělá ideální nástroj pro rychlý screening vzorků. Zobrazením výsledků v barevně kódované periodické tabulce mohou uživatelé na první pohled vidět, které prvky jsou ve vzorku - a na jaké koncentrační úrovni (Obrázek 3.). Při výchozím nastavení jsou prvky přítomné v nízkých koncentracích zbarveny žlutě, střední koncentrace oranžově a vysoké koncentrace červeně. Nicméně, tyto prahové hodnoty koncentrací lze ve Smart Views definovat dle vlastních potřeb.

ICV

H																	He	
Li	Be (0.6)											B	C	N	O	F	Ne	
Na (102.8)	Mg (112.6)											Al (258.8)	Si (61.4)	P (60.5)	S	Cl (14.4)	Ar	
K (31.6)	Ca (117.6)	Sc	Ti (2.5)	V (12.0)	Cr (11.5)	Mn (5.9)	Fe (24.0)	Ni	Cu (12.9)	Zn (2.4)	Ga	Ge	As (6.0)	Se (2.3)	Br	Kr		
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd (2.3)	In	Sn (10.9)	Sb (23.4)	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	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		

Obrázek 3. IntelliQuant umožňuje uživatelům zobrazit obsah jejich vzorků a využívá barevné kódování detekovaných prvků na základě uživatelem definovaných prahových koncentrací.

Pomoc při identifikaci chyb v přípravě vzorků

IntelliQuant lze použít k identifikaci chyb při přípravě vzorků. Například pochybení s přidavkem správného množství kyseliny chlorovodíkové v průběhu digesce vzorku může vést k potenciálně nedostatečnému rozkladu vzorku a generování nesprávných výsledků. Takovéto chyby lze obtížně odhalit. Nicméně IntelliQuant lze nastavit tak, aby ve vzorcích označil výsledky s nízkým obsahem chlóru. Rychlou kontrolou výsledků z IntelliQuantu mohou analytici zjistit, zda je Cl přítomen a potvrdit si před reportováním výsledků, že rozklad byl proveden správně. Stejný přístup je vhodný pro většinu kyselin používaných pro trávení vzorků.

I když je IntelliQuant funkcí techniky ICP-OES, není důvod omezit jeho využití pouze na vzorky specifické pro ICP-OES. IntelliQuant může poskytnout důležité informace o vzorcích, které byly připraveny pro analýzu pomocí ICP-MS, AAS, chromatografie nebo dokonce titrace.



HPST



Kontrola kvality reagensí

Rozdíly v přípravě jednotlivých šarží činidel jsou běžnou příčinou odchylek v analytických výsledcích. S IntelliQuantem mohou uživatelé snadno a rychle porovnat složení dvou nebo více šarží právě připravených reagensí. Jakékoli rozdíly budou okamžitě zvýrazněny, což umožní řešit potenciální problémy dříve, než ovlivní kvalitu konečných výsledků. IntelliQuant přináší jednoduchý způsob, jak prověřit kvalitu činidel používaných v technice ICP-OES nebo i v rámci jiných analytických technik.

Jednodušší vývoj metod a pomoc s validací výsledků

IntelliQuant zahrnuje nástroj, který napomáhá uživatelům vyhnout se interferencím. Tento algoritmus poskytuje uživatelům pro každý detekovaný prvek podrobné informace o možných interferencích, které vlnové délky jsou ovlivněny a které vlnové délky pravděpodobně nebudou spektrálně rušeny.

Tyto informace jsou užitečné při vývoji metod, ale také mohou být užity jako účinný nástroj, který pomáhá při ověřování výsledků zavedených metod. Pokud si uživatel není jistý, zda byl výsledek jejich kvantitativní metody ovlivněn interferencí, může IntelliQuant poskytnout další informace. Identifikací pravděpodobné interference na vlnové čáře použité v metodě pro kvantitativní měření daného prvku, může IntelliQuant identifikovat prvek způsobující nežádoucí interference.

Uživatel se pak může rozhodnout, jakým způsobem bude interference řešit. Může se jí vyhnout volbou jiné emisní čáry, nebo pro její odstranění využít jeden z dostupných korekčních modelů - FACT (rychlé kalibračně nezávislé rozložení složeného spektra) nebo IEC (mezi-prvkovou korekci).

Identifikace chemické nekompatibility ve vzorku

Pokud jsou výsledky analýzy vzorků nižší, než jste očekávali, může to mít několik příčin a to včetně chemické nekompatibility prvků ve vzorku. IntelliQuant lze použít k odhalení situací, kdy je chemická nekompatibilita mezi prvky potenciálním problémem. Příkladem je nízký výsledek kvantitativní analýzy barya. Je možné, že vysoké hladiny síranů ve vzorku mohly způsobit vysrážení barya ještě před samotným měřením. Stanovení síry nemusí být běžnou součástí kvantitativní metody. Síra však bude identifikována a semikvantifikována pomocí IntelliQuantu. Výsledky IntelliQuantu tak mohou poskytnout veškeré potřebné informace k identifikaci problému a mohou Vás tak ochránit před reportováním nesprávných dat v závěrečné zprávě z analýzy vzorku.



HPST



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

Obrázek 4. Pohled z analýzy IntelliQuant, která upozorňuje na některé problémy s „půdou 4“. Všimněte si nepřítomnosti Sb a Cl v tomto vzorku.

Příklad analýzy

V následujícím příkladu bylo provedeno 5 replik lučavkových rozkladů vzorku půdy a následně byly analyzovány pomocí Agilent 5900 SVDV ICP-OES s IntelliQuantem. Výsledky semikvantitativní analýzy pro všechny detekované prvky ve vzorcích vykazují dobrou opakovatelnost ve všech případech, s výjimkou některých prvků ve vzorku půdy Soil 4. K filtrování důležitých hodnot byla použita funkce Smart Views. Obrázek 4 byl vytvořen pro zobrazení výsledků nejdůležitějších prvků. Výsledková tabulka poukazuje na problém s Sb a Cl ve vzorku Soil 4. Nepřítomnost Cl naznačuje, že vzorek byl nesprávně připraven/rozložen, a to spíše pomocí kyseliny dusičné než lučavky. Pomocí IntelliQuantu je možné získat tento typ informací o vzorku pouze jedním nebo dvěma kliknutími myši. IntelliQuant s funkcemi Smart Views umožňuje uživateli rychle a snadno identifikovat neobvyklé výsledky a prozkoumat je před reportováním jakýchkoli nesprávných dat.