



Optické emisní spektrometry s indukčně buzeným plazmatem

Agilent ICP Expert Software

Výkonný software s chytrými nástroji pro ICP-OES

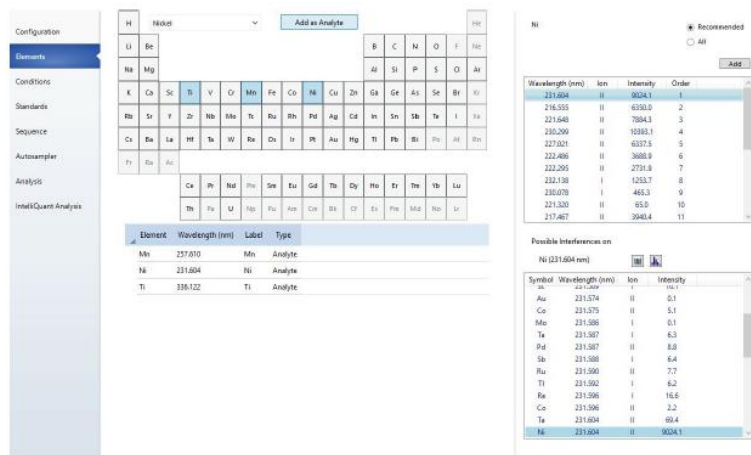


Úvod

ICP-OES Agilent 5800 & 5900 jsou řízeny softwarem Agilent ICP Expert. ICP Expert používá známé prostředí „worksheetů“ (pracovních listů) a nabízí zjednodušený vývoj metod a analýzy vzorků. Obsahuje funkci IntelliQuant, která umožňuje analytikovi shromažďovat údaje o koncentracích až 70 prvků ve vzorku. ICP Expert také obsahuje funkce kontroly kvality (QC), funkce inteligentní údržby a předlohy předem vyvinutých metod pro běžné aplikace.

Snadno použitelný software

Software ICP Expert obsahuje inteligentní funkce, které zkracují dobu zaučování pro nové uživatele a zároveň umožňují zkušeným analytikům snadno pracovat i se složitými metodami. Vzhled softwaru vystihuje pro přímočarost práce nejběžnější pracovní postupy při reálním používání.

The screenshot shows the 'Configuration' window of the Agilent ICP Expert software. It features a periodic table with a search bar and 'Add as Analyte' button. Below the table, there are fields for 'Element', 'Wavelength (nm)', 'Label', and 'Type'. A table below shows the following data:

Element	Wavelength (nm)	Label	Type
Mn	257.010	Mn	Analyte
Ni	231.604	Ni	Analyte
Ti	336.122	Ti	Analyte

On the right side, there is a 'Recommended' list of elements with their wavelengths and intensities:

Wavelength (nm)	Int.	Order
231.604	9024.1	1
216.555	6350.0	2
231.646	7894.3	3
230.299	10993.1	4
227.021	6337.5	5
222.486	3888.9	6
222.295	2791.9	7
222.188	1252.7	8
230.078	465.3	9
221.320	65.0	10
217.467	3940.4	11

Below this is a 'Possible Interferences on Ni (231.604 nm)' table:

Symbol	Wavelength (nm)	Int.	Int. %
Alu	231.574	0.1	
Co	231.575	0.1	
Mn	231.586	0.1	
Ta	231.587	6.3	
Pd	231.587	8.8	
Sb	231.588	6.4	
Ru	231.590	7.7	
Ti	231.592	6.2	
Rh	231.596	16.6	
Ce	231.596	2.2	
Ta	231.604	49.4	
Ni	231.604	9024.1	

Pro nastavení a provedení analýzy analytik jednoduše postupuje záložkami v doporučeném pořadí. Aktuální stránka je vždy zvýrazněna, aby byla zajištěna úplná přehlednost v pracovním postupu (obrázek 1).

Obrázek 1. Software Agilent ICP Expert poskytuje jasný logický pracovní postup, který uživatele provede nastavením metody i samotnou analýzou.

Software zahrnuje sadu předem vyvinutých šablon pokrývajících řadu běžných analytických metod a typů vzorků, jako je analýza potravin, životního prostředí či vody. Tyto šablony jsou vynikajícím výchozím bodem pro každého uživatele, který chce začít s novým typem analýzy. Šablony mohou výrazně zkrátit čas potřebný k úplnému vývoji nové metody.

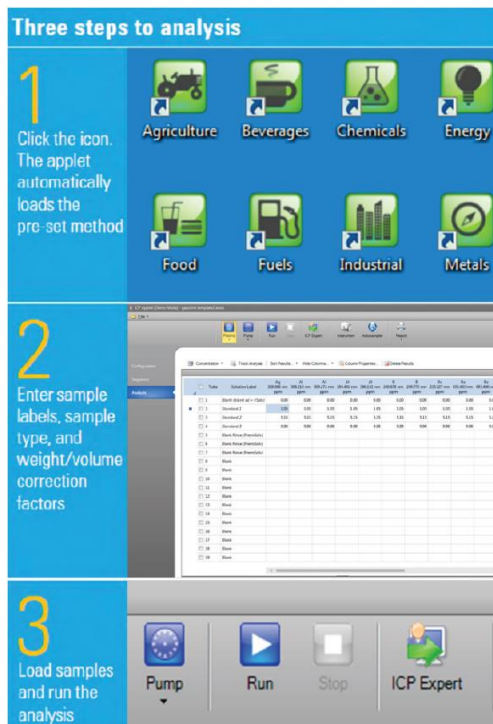
Přednastavené metody

Software ICP Expert nabízí různé přednastavené aplikačně zaměřené metody (applety). Ty umožňují uživatelům všech dovednostních úrovní spolehlivě měřit na ICP-OES.

Osoba s oprávněním správce si může vybrat, které applety budou k dispozici běžnému uživateli. Ten pak může vybírat jen z dostupných ICP appletů (Obrázek 2, krok 1). Applet automaticky načte metodu (Obrázek 2, krok 2). Uživatel pak může zadat informace o vzorcích a kliknutím na tlačítko „Run“ (spustit) „zapálí“ plazma a zahájí analýzu (Obrázek 2, krok 3).

Výzvy na obrazovce vyzvou uživatele k nasátí jednotlivých standardů a vzorků podle pořadí zadaného v sekvenci. Tento jednoduchý přístup zajišťuje, že všichni uživatelé mohou dosáhnout přesných a reprodukovatelných výsledků i s minimálním zaškolením. Applety lze snadno importovat a vyměňovat s ostatními.

Obrázek 2. Software ICP Expert obsahuje několik appletů pro běžné aplikace. Ve třech krocích může analytik zahájit analýzu.



The screenshot illustrates the 'Three steps to analysis' workflow in the ICP Expert software:

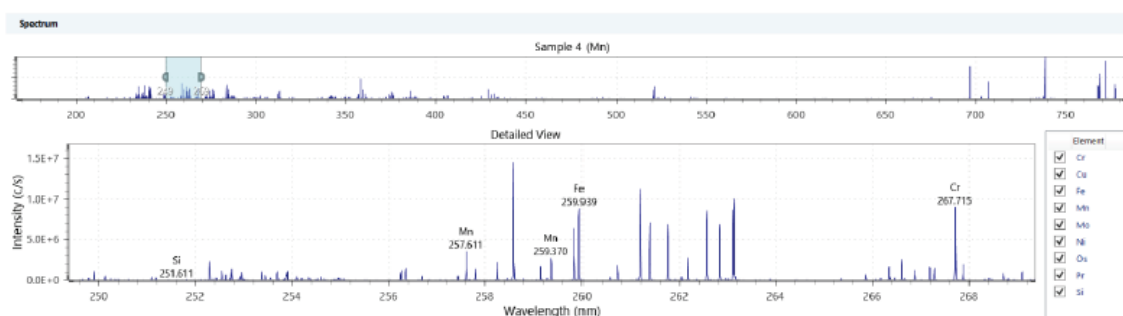
- 1 Click the icon. The applet automatically loads the pre-set method.** This step shows a grid of application icons: Agriculture, Beverages, Chemicals, Energy, Food, Fuels, Industrial, and Metals.
- 2 Enter sample labels, sample type, and weight/volume correction factors.** This step shows a data entry table with columns for 'Sample', 'Label', 'Type', 'Weight', and 'Volume'.
- 3 Load samples and run the analysis.** This step shows a control panel with buttons for 'Pump', 'Run', 'Stop', and 'ICP Expert'.



Zjednodušený vývoj metod

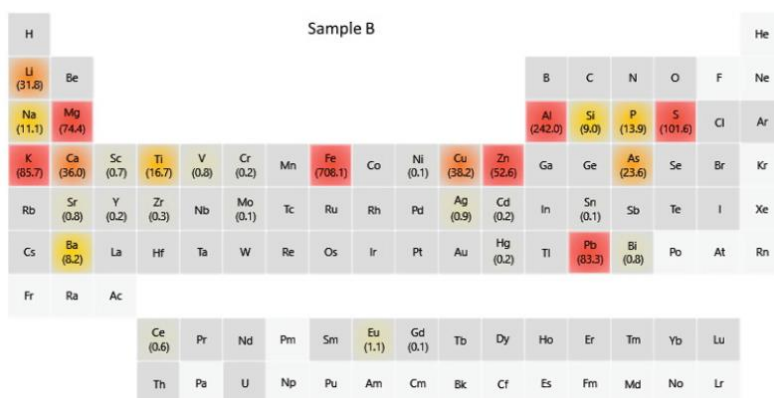
Software ICP Expert obsahuje několik inteligentních nástrojů pro zjednodušení vývoje metod. Tyto nástroje umožňují analytikům trávit méně času nastavováním metod. Více času tak mohou věnovat samotnému měření vzorků.

IntelliQuant Screening (k dispozici v softwarovém modulu ICP Expert Pro) umožňuje uživatelům provádět rychlý, semikvantitativní screening vzorků. IntelliQuant Screening za pouhých 15 sekund na vzorek shromáždí data z celého spektrálního rozsahu 167 - 785 nm, jak je znázorněno na Obrázku 3.



Obrázek 3. Skenování v celé rozsahu vlnových délek je otázkou pouhých 15 sekund.

Na základě těchto dat IntelliQuant Screening zobrazuje relativní koncentrace až 70 prvků ve vzorku prostřednictvím periodické tabulky (viz Obrázek 4.). Jakékoli potenciální interference jsou identifikovány a jednoduchým a jasným způsobem a prezentovány uživateli. Na základě odhalení potenciálních interferencí a dalších faktorů jsou doporučeny optimální vlnové délky pro analýzu. Všechny tyto informace jsou poskytovány automaticky. Nevyžadují žádnou předchozí znalost obsahu měřených vzorků ani odborné znalosti v oblasti spektroskopie.



S informacemi získanými díky IntelliQuant Screening je pro operátora již velmi snadné vytvořit uzpůsobenou metodu pro kvantitativní analýzu vzorků.

Obrázek 4. IntelliQuant vytváří „teplotní mapu“ pro vizuální prezentaci relativních koncentrací prvků přítomných ve vzorku. Tyto informace poskytují užitečné analytické informace o vzorku, které pomáhají při vývoji metod.

Podmíněné značení výsledků (Outlier Conditional Formatting - OCF)

Funkce pro podmíněné formátování (OCF) umožňuje uživatelům identifikovat potenciálně problematické výsledky. OCF používá jedno nebo více barevně odlišených konfigurovatelných pravidel pro kontrolu výsledků zobrazovaných v tabulce výsledků z analýzy (Obrázek 5). Výsledky jsou označeny, pokud např.:



- Jsou nad definovaným rozsahem koncentrace
- Mají vysoké % RSD
- Jsou pod limitem detekce metody (MDL)
- Selže test interních standardů

Pokud je pro měření jednoho prvku zvoleno více vlnových délek, může OCF zvýraznit nesoulad ve výsledcích na jednotlivých vlnových délkách. Získání různých výsledků pro stejný prvek může znamenat potenciální problém interferencí nebo problém s kalibrací na jedné nebo více vlnových délkách.

<input type="checkbox"/>	Rack:Tube	Solution Label	Outlier Summary	Sb 206.834 nm ppm	Sb 217.582 nm ppm	Sb 231.146 nm ppm
<input type="checkbox"/>	1:1	Blank		0.00	0.00	0.00
<input type="checkbox"/>	1:2	Cr				
<input type="checkbox"/>	1:3	Sb		50.00	50.00	50.00
<input checked="" type="checkbox"/>	1:8	Cr	F	0.12	0.05	0.05
<input type="checkbox"/>	1:9	Sb		4.91	4.92	4.88
<input type="checkbox"/>	1:10	Sb+Cr	F	5.65	5.14	5.11
<input type="checkbox"/>	1:11	Test3				
<input type="checkbox"/>	1:12	Test4				

Outliers for [Sb+Cr]:
 Element Concentration % RSD > Pass Value: Sb

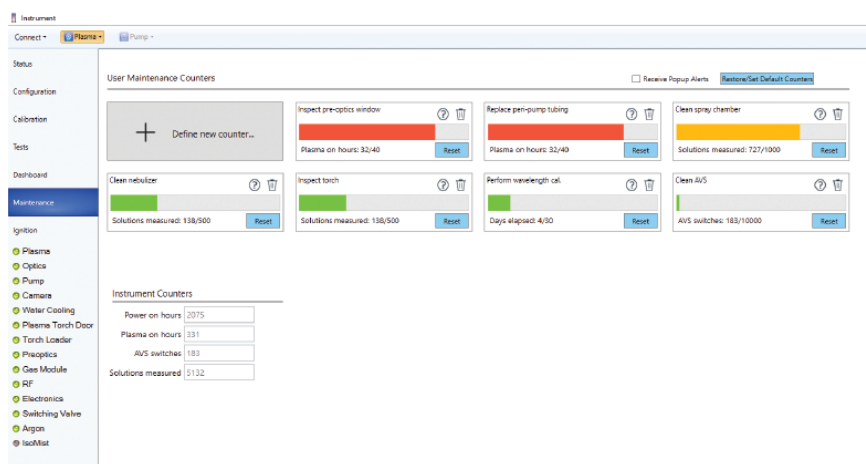
Obrázek 5. Podmíněné formátování výsledků (OCF) poskytuje uživatelům jednoduchý způsob, jak identifikovat potenciálně problematické výsledky. Výsledky, které nesplňují zadaná pravidla, budou pro rychlou identifikaci označeny písmenem odpovídajícím danému typu problému a barevnou značkou (zelené „F“ na tomto obrázku).

Zpětně vazebné informace pro údržbu

Oba přístroje 5800 & 5900 mají zabudovaných více než 100 senzorů, které monitorují jejich výkon. Software ICP Expert obsahuje zpětně vazebnou funkci pro včasnou údržbu (Early Maintenance Feedback - EMF), která využívá tyto senzory a další čítače k upozornění operátora v případě potřeby údržby.

Barevné kódování čítačů jako na semaforu ukazuje, které kroky údržby by měly být provedeny okamžitě a které mohou ještě počkat (obrázek 6). Nastavení čítačů jsou použitelná pro většinu obecných aplikací, ale uživatelé mohou nastavit limity čítačů tak, aby vyhovovala jejich specifickým požadavkům.

EMF plánováním rutinních údržeb jednotlivých komponent na základě skutečného použití přístroje, nikoli jen v určených časových intervalech, které by mohly být naplánovány příliš brzy/pozdě, snižuje časové prostoje a také náklady.



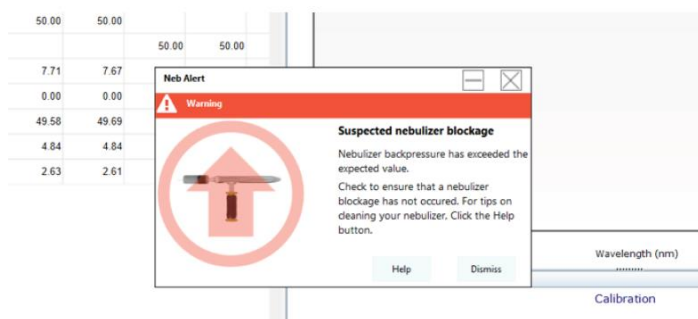
Obrázek 6. Funkce zpětné vazby včasné údržby pomáhá udržovat váš přístroj v dobré kondici, snižuje neplánované prostoje a zajišťuje, že budete i nadále produkovat konzistentní a vysoce kvalitní výsledky.

Intelligent Rinse

Softwarová funkce Intelligent Rinse inteligentního proplachu je k dispozici ve volitelném softwarovém modulu ICP Expert Pro. Intelligent Rinse monitoruje intenzity vlnových délek zvolených prvků během proplachovací doby. Funkce automaticky ukončí proplachování, když tyto intenzity dosáhnou námi nastavené meze. Prahová hodnota je založena na tom, které nastavení proplachu bylo vybráno: důkladné, mírné nebo rychlé. Doba proplachu se liší v závislosti na době potřebné k vymytí každého jednotlivého vzorku až do dosažení prahové hodnoty zůstatkové koncentrace. Inteligentní proplach zvyšuje počet/kapacitu změřených vzorků za daný čas a ještě zajišťuje vysokou přesnost výsledků i u sekvencí s různorodou koncentrací jednotlivých prvků.

Neb Alert

Výstraha zmlžování Neb Alert je inteligentní funkcí softwaru ICP Expert, který během analýzy monitoruje zpětný tlak nebulizéru (zmlžovače). Neb Alert varuje uživatele (Obrázek 7) v případě, pokud je detekováno potenciální zablokování nebo netěsnost - běžný problém při analýze vzorků s vysokým obsahem celkových rozpuštěných látek (% TDS) nebo vzorků, které stále obsahují pevné částice. Tato výstraha umožňuje analytikovi raději zastavit analýzu a opravit problém, než pokračovat v měření potenciálně nesprávných dat.



Obrázek 7. Neb Alert okamžitě upozorní uživatele, v případě, že je zjištěno podezření na zablokování nebo netěsnost zmlžovače.



Ovládání příslušenství

Autosampler Agilent SPS 4 je plně řízen pomocí softwaru ICP Expert. Prostřednictvím softwaru si uživatel může vybrat typ stojanu na vzorky, rychlost otáček proplachovacího čerpadla a ovládat vzorkovací jehlu.

Do ICP Expert softwaru je také plně integrováno ovládání teplotně programovatelné zmlžovací komory IsoMist.

Ovládání 6-ti nebo 7-mi portového přepínacího ventilu s dávkovací smyčkou Agilent Advanced Valve System (AVS) je též plně integrováno a ovládáno pomocí softwaru ICP Expert ve verzi Pro. (4-portová verze AVS je podporována základním softwarem ICP Expert Base.) Plná integrace AVS do softwaru i HW zajišťuje na rozdíl od dávkovacích ventilů třetích stran, které používají komplikovaný samostatný řídicí software optimální načasování. ICP Expert obsahuje kalkulačku parametrů AVS, která usnadňuje nastavení a vývoj metod s využitím AVS 6/7.

Integrované ovládání pro ESI prepFAST

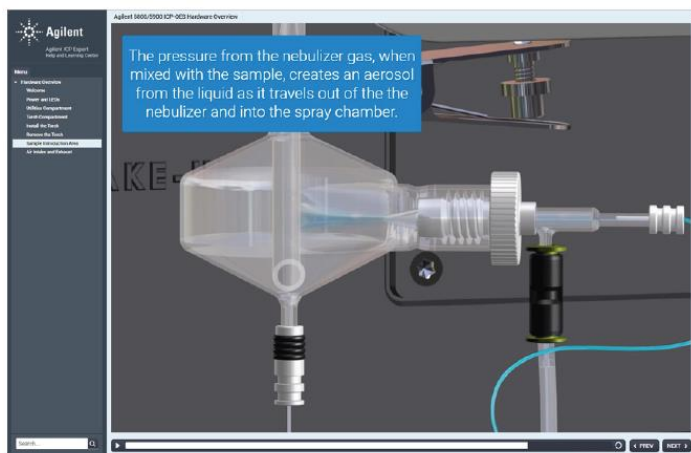
Modely ICP-OES 5800 a 5900 lze připojit k autodilutoru ESI prepFAST. Ten umožňuje následující funkce pro úsporu práce:

- Vytváření vícebodových kalibrací z jediného standardu; není třeba ručně vytvářet standardy, což šetří čas a minimalizuje chyby v přípravě
- Automatické ředění vzorků mimo kalibrační rozsah; pokud je vzorek detekován jako mimo kalibrační rozsah, automaticky se provede ředění
- Předepsané ředění; ředění vzorků dle přednastavených požadavků

Help and Learning Center

ICP Expert obsahuje interaktivní komplexní „centrum nápovědy a výuky“ (Obrázek 8). Toto centrum zahrnuje rozsáhlou sbírku instruktážních videí o provádění běžných úloh souvisejících s hardwarem a softwarem. Videá pro snazší představu a pochopení problematiky slouží i méně zkušeným operátorům získat sebedůvěru a pomáhají jim nastavit a udržovat svůj přístroj optimálním způsobem. Funkce, jako je např. Neb Alert, jsou integrovány do „centra nápovědy a výuky“. To v praxi znamená, že příslušné informace a videa s nápovědou se zobrazí,

když daný senzor detekuje problém.



Obrázek 8. Centrum nápovědy a výuky ICP Expert poskytuje rozsáhlé video instrukce o tom, jak provádět běžná nastavení a údržbu přístroje.

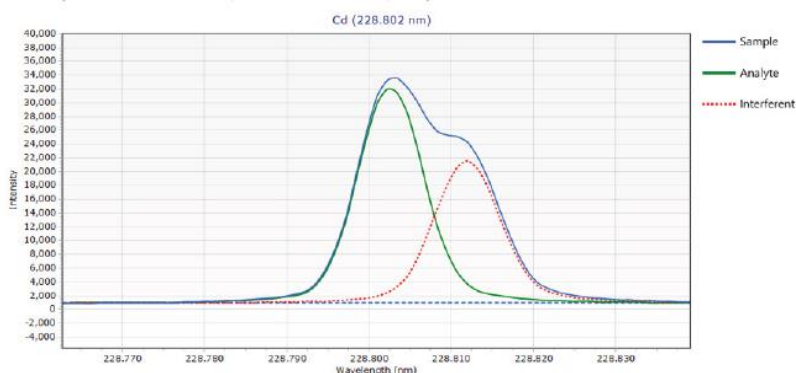
Možnosti korekcí pro každou situaci

ICP Expert Software nabízí několik možností pro korekce pozadí nebo spektrálních interferencí:



- Fitted background correction (FBC) - používá pokročilý matematický algoritmus k modelování signálu pozadí pod vrcholem analytu. FBC se aplikuje současně s doměřením píku analytu, což poskytuje rychlou, snadnou a přesnou korekci pozadí. FBC nevyžaduje žádný vývoj metod a umožňuje přesnou korekci jednoduchých i složitých struktur pozadí.
- Off-peak je tradiční technika korekce v ICP-OES, která umožňuje analytikovi manuálně vybrat korekční body - zleva, zprava nebo z obou stran analytického píku.
- Fast automated curve-fitting technique (FACT). Patentovaná technika FACT používá spektrální modelování k přesné analýze komplexních analytických spekter. FACT je výkonnou alternativou k mezi-prvkové korekci (inter element correction - IEC) a lze ji také použít pro přesnou korekci pozadí. Je obzvláště užitečným nástrojem v případech, kdy jsou pozorovány vysoce komplexní struktury pozadí, kdy jiné techniky korekce (FBC nebo off-peak) nejsou optimální.

FACT v reálném čase poskytuje spektrální korekci pomocí techniky spektrálního modelování k matematické dekonvoluci (separaci) signálu analytu ze surového spektra. Modely jsou vytvořeny měřením očekávaných komponent samostatně. Metoda obvykle zahrnuje měření slepého roztoku, čistého roztoku analytu a čistých roztoků interferentů. Obrázek 9 ukazuje model FACT aplikovaný na emisní čáře Cd při 228,802 nm, se kterou interferuje As. FACT matematicky separuje dva píky, což umožňuje přesné měření signálu analytu. Pro překrývající se interference, které nelze vyřešit pomocí FBC nebo FACT, je k dispozici mezi-prvková korekce (IEC). Korekci pozadí pro každý analyt lze aplikovat i po analýze pomocí po zobrazení spektra.



Obrázek 9. Příklad modelu FACT aplikovaného na Cd 228,802 nm, s interferencí od As. Roztok obsahující ~ 1000 ug / l Cd ve 20 mg / l As byl analyzován na Agilent 5900 ICP-OES.

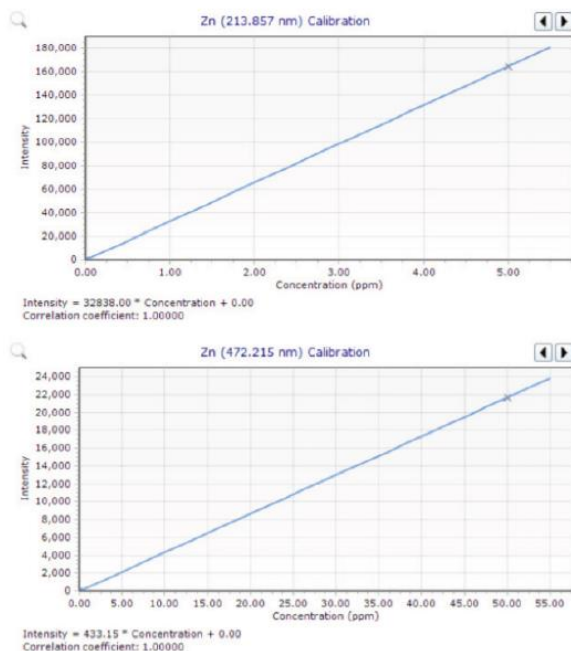
Rozšířený dynamický rozsah

Díky širokému rozsahu měřených vlnových délek CCD detektoru Vista Chip III může softwarová funkce MultiCal vytvořit několik kalibračních rozsahů pro analýzu vzorků. Tato schopnost zvyšuje lineární dynamický rozsah.



Mnoho prvků lze měřit pomocí více než jedné vlnové délky. Různé vlnové délky mají často různé citlivosti, takže použití kombinace vlnových délek pro stejný prvek rozšiřuje dynamický rozsah stanovení. Výběr nejcitlivější emisní čáry poskytne nejlepší limity detekce a přesné měření nízkých koncentrací analytů. Méně citlivé čáry umožňují ve stejné analýze měření analytů s vyšší koncentrací.

Funkce MultiCal vyžaduje pro definování kalibračního rozsahu jen několik standardů pro každou vlnovou délku. Obrázek 10 ukazuje dva kalibrační grafy pro zinek. První kalibrace využila citlivou čáru Zn s koncentračním rozsahem 0 až 5 ppm. Méně citlivá čára rozšířila kalibrační rozsah na 55 ppm.



MultiCal na základě naměřených koncentrací pro každou vlnovou délku vyhodnotí příslušný výsledek pomocí kalibračních rozsahů definovaných pro tyto vlnové délky. Tím se rozšiřuje dynamický rozsah analýzy z ppb na procentuální úroveň. Koncentrační rozsahy se mohou překrývat, což je jednoduchý nástroj pro ověření výsledků vzorku.

Obrázek 10. V tomto příkladu používá MultiCal emisní čáru zinku 213,857 nm pro měření koncentrací v rozmezí 0 až 5 ppm a čáru 472,215 nm pro vyšší koncentrace až 55 ppm.

Možnosti reportování

Software ICP Expert zahrnuje platformu OpenLab Intelligent Reporting. Tato platforma umožňuje analytikovi konfigurovat reporty tak, aby obsahovaly pouze požadovaná data, a přizpůsobit rozvržení reportů, včetně možnosti přidání loga společnosti. Po nastavení lze obsah a design vytvořeného reportu uložit jako šablonu pro budoucí použití.

Podpora QC pro metody USP <232> / <233> a ICH Q3D

Software ICP Expert podporuje požadavky USP a ICH pro měření elementárních nečistot ve farmaceutických výrobcích a jejich složkách. Softwarové funkce zahrnují:

- Kalkulačka maximální hladiny analytu pro stanovení „J“ hodnoty
- Označení limitních hodnot, které vyhovují/nevyhovují z hlediska přijatelnosti při validačních testech a analýzách složení produktu nebo složky.
- Kompatibilita nadstavbovým softwarovým balíčkem Agilent 21 CFR 11
- Usnadnění nastavení, spuštění a ověření metody v souladu s USP <232> / <233> a ICH QRD
- Šablony k urychlení vývoje metod

Přenos a export dat

Výsledky lze snadno přenést do systému správy laboratorních informací (LIMS) nebo jiných obdobných aplikací s využitím exportních možností softwaru ICP Expert.



Pro přímý přenos do tabulky nebo jiného programu pro manipulaci s daty, analýzu trendů nebo monitorování procesů lze data exportovat ve formátu CSV. Software ICP Expert umožňuje multitasking, to znamená, že získaná data lze prohlížet, zpracovávat a reportovat i v průběhu běžící sekvence nových vzorků.

Softwarové verze ICP Expert Base a ICP Expert Pro

Software ICP Expert je k dispozici ve dvou verzích: Verzi Base (součást 5800) a verzi Pro (součást 5900).

Software ICP Expert Base se používá pro snadné nastavení přístroje a rutinní obsluhu nástroje ICP-OES. Software ICP Expert ve verzi Pro nabízí další funkce zvyšující produktivitu a výkon, včetně:

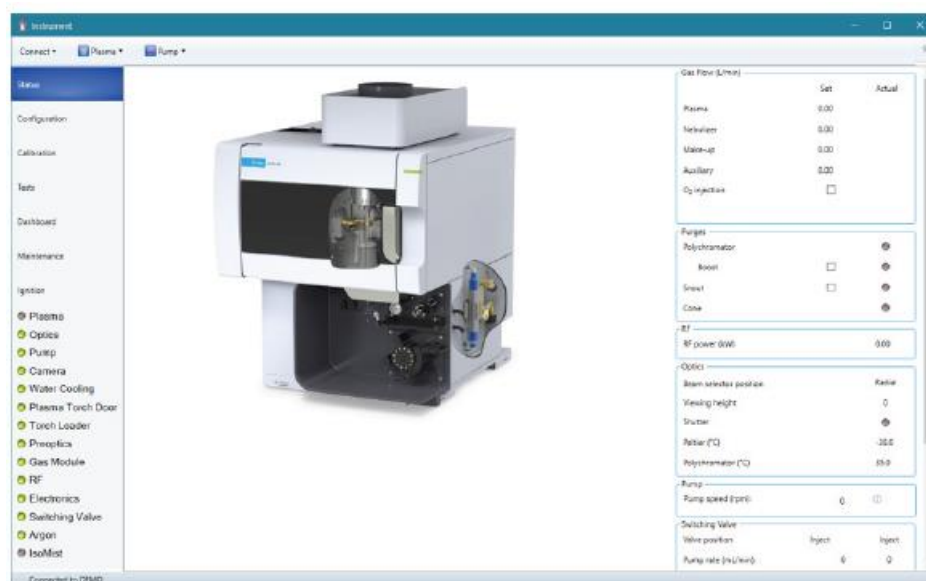
- QC vzorky: po odměření definovaného počtu vzorků automaticky vloží do sekvence roztok pro QC
- IntelliQuant Screening včetně funkce Snapshot pro rychlý náhled na složení vzorku
- Export do aplikace Microsoft Excel (licence MS Excel není součástí softwaru)
- Podpora a ovládání autosamplerů jiných výrobců - Cetac Oil 7400, 7600, ASX520, 560, 1400 a 1600 a EXR8, ESI SC_2,4,8,14 a Micro a AIM 1250 a 360
- Řízení vybraných automatických vzorkovačů třetích stran
- Sledování trendu zpětného talku argonu ve zmlžovači a sledování emisní čáry argonu jako vnitřního standardu ve vzorku.
- Přidávání kyslíku do plazmy a proplachování optiky dusíkem
- Ovládání ventilů s dávkovací smyčkou AVS 6 nebo 7
- Ovládání automatické ředící stanice ESI prepFAST
- Funkce Intelligent Rinse pro automatické sledování zůstatkové koncentrace analytů při promývání
- Možnost přizpůsobení počtu replik pro různé typy vzorků

Software ICP Expert dle regulativy 21 CFR 11

Volitelně je k dispozici softwarová nadstavba plnící regulativu dle 21 CFR 11, které pomáhá s požadavky US FDA 21 CFR část 11 (a odpovídajícími předpisy v jiných zemích). Balíček podporuje přiřazování uživatelských přístupových práv, vytváření kontrolních záznamů, elektronických záznamů a elektronických podpisů. Rozšiřující balíček je kompatibilní s verzí ICP Expert Pro

Snadné odstraňování problémů

Jak je znázorněno na Obrázku 11., stránka „Instrument Status“ poskytuje okamžitý přehled o stavu systému. Kontinuální, automatické monitorování na pozadí vám umožní rychle zkontrolovat stav přístroje nebo odstranit problém, pokud se objeví problém. Interaktivní schéma přístroje poskytuje přehled o jeho aktuálním stavu a v případě potřeby naznačuje možnou příčinu potíží. Pro poskytnutí podrobnějších informací poskytuje „palubní deska“ on-line informace o různých parametrech včetně jejich doporučených hodnot, což usnadňuje nalezení a odstranění problémů. Stav se automaticky aktualizuje, když se cokoliv v celém systému změní.



Obrázek 11. Na interaktivní stránce Instrument můžete kontrolovat aktuální stav přístroje a identifikovat příčinu problému.

Kontrola výkonu přístroje

Pro pravidelné automatické ověření výkonu přístroje je v rámci softwaru k dispozici sada testů. Testy zkontrolují základní funkčnost přístroje a potvrzují, že systém pracuje správně dle specifikace výrobce, což může sloužit také jako důležitý nástroj při odstraňování problémů.

Špatné nastavení parametrů přístroje jako např. pro průtok vody, plynů, odtahu zplodin a zavádění vzorků, je nejčastější příčinou problémů s přístrojem. Po dokončení kolečka zkušebních testů lze do libovolného místa v místní síti exportovat report v PDF.