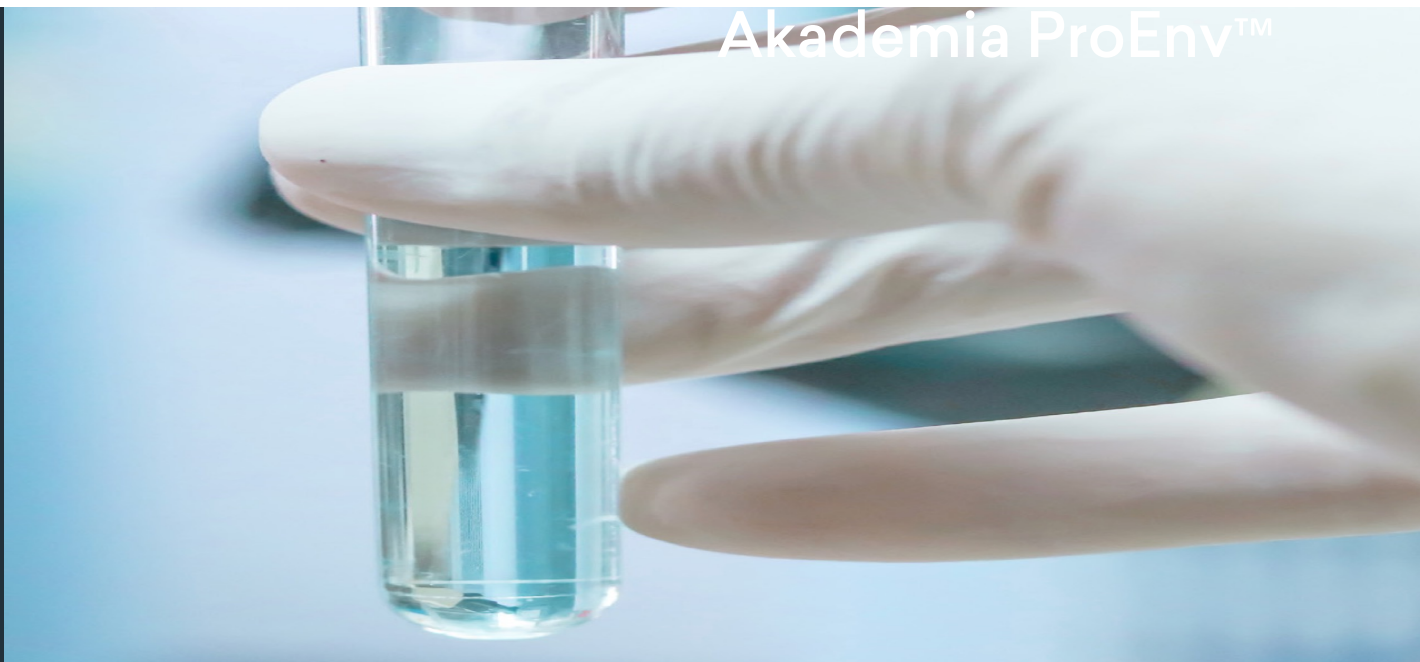


● ICP User Meeting
2024

MSF- łatwy sposób na
usunięcie interferencji
w pomiarach ICP-OES

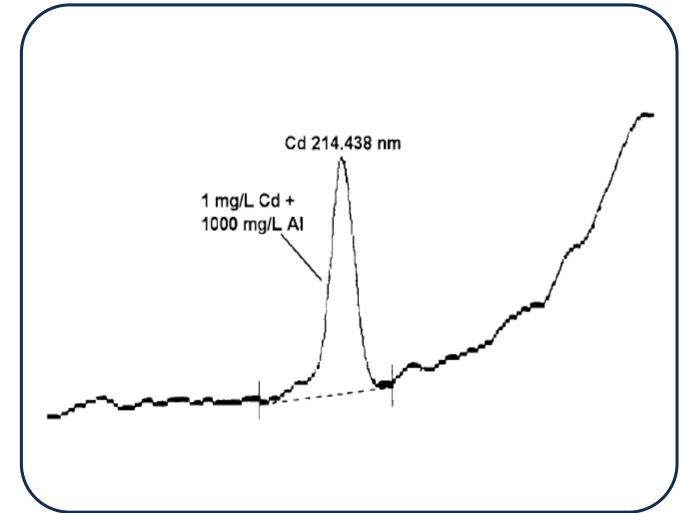
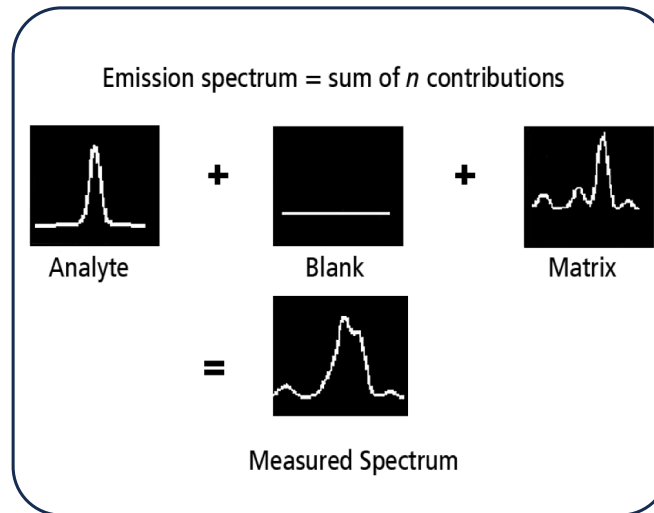
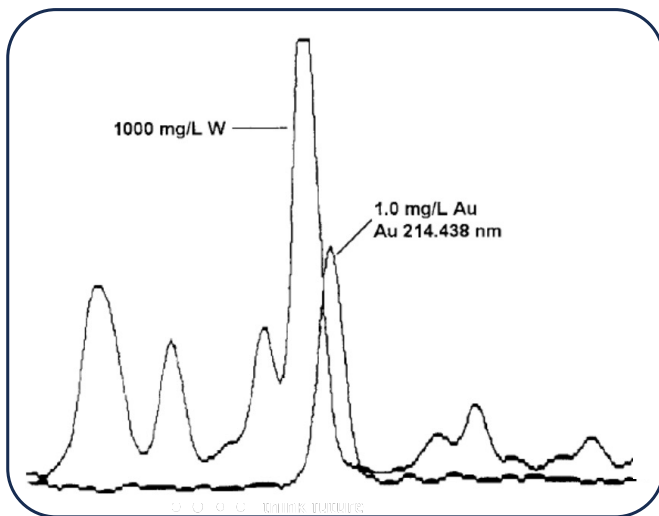


● Dorota Doniecka
Application Specialist Inorganic



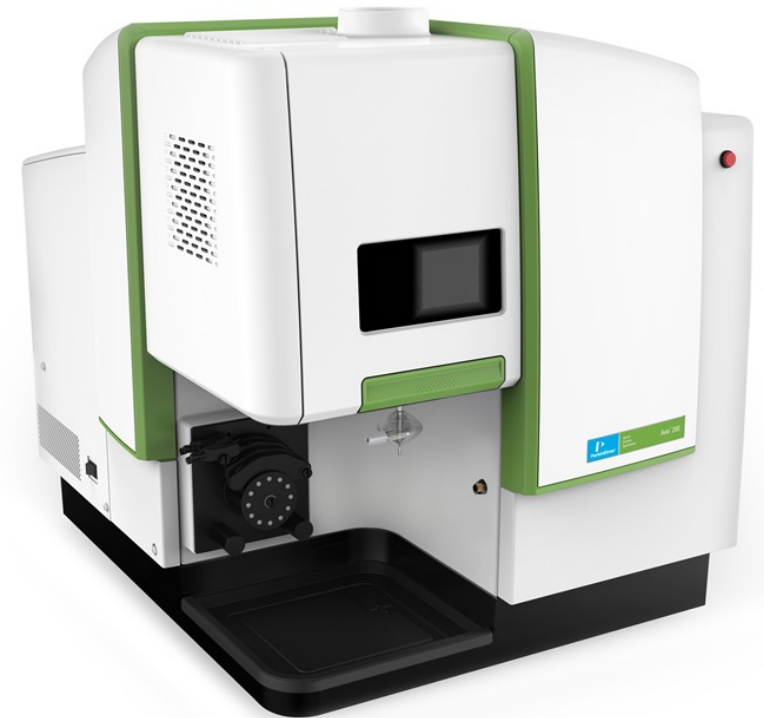
● Interferencje w ICP-OES

- **Spektralne** - nakładanie się widma różnych pierwiastków, wysokie tło o różnym charakterze
- **Fizyczne** - zmiana warunków prowadzonego oznaczenia, zmiana właściwości fizycznych badanych roztworów
- **Chemiczne** - spowodowane przez oddziaływanie chemiczne pierwiastków, które oznaczamy



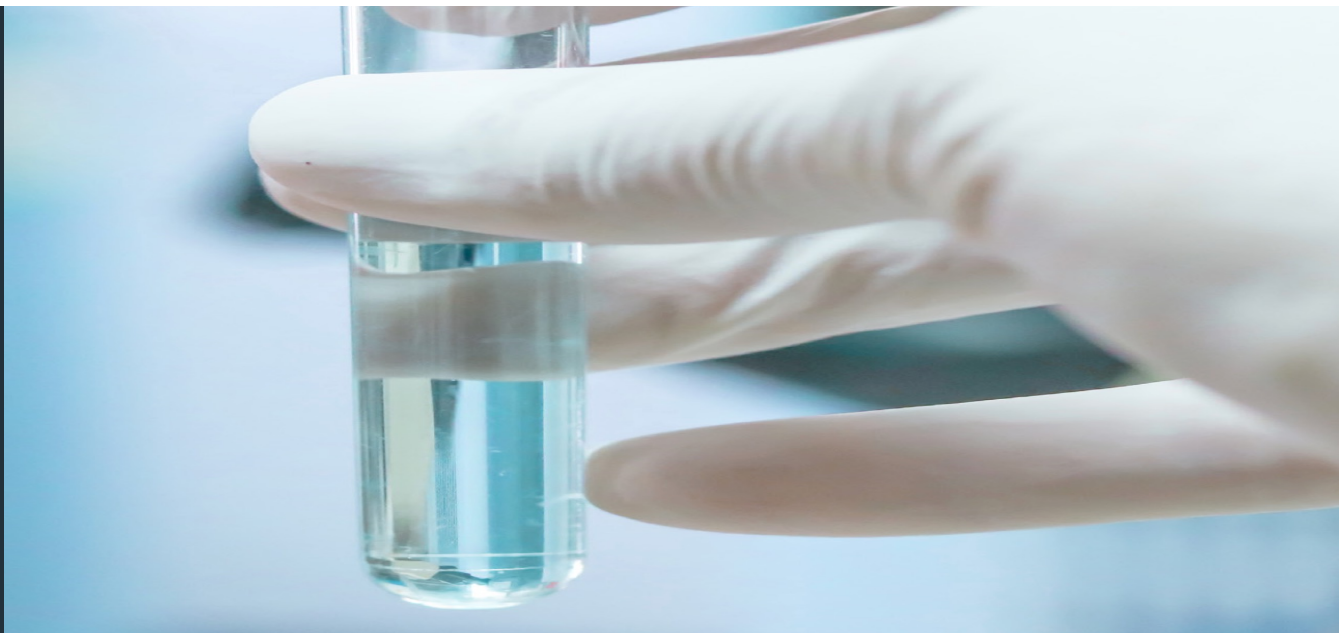
● Interferencje spektralne - metody usuwania

- Wybór innej linii analitycznej - pierwsze działanie, wybieramy dwie lub trzy inne długości fali i wykonujemy pomiar z zastosowaniem obserwacji osiowej lub bocznej
- Rozdział pierwiastków na kolumnie chromatograficznej przed wykonaniem oznaczenia- pracowity, czasochłonny pomiar, wymaga zastosowania dodatkowego sprzętu
- Matematyczna korekcja z zastosowaniem matematycznego modelu- usuwanie interferencji przez użycie:
 - algorytmu IEC (Inter-Elements Corrections) – korekcja międzypierwiastkowa
 - **algorytmu MSF (Multicomponent Spectral Fitting) - dopasowanie wieloskładnikowe**



● ICP User Meeting
2024

Algorytm
usuwania
interferencji
spektralnych
MSF-
Multicomponent
Spectral Fitting



MSF- wieloskładnikowa metoda dopasowania spektralnego

- matematycznie MSF wykorzystuje wielokrotny liniowy model najmniejszych kwadratów oparty na analizie czystego analitu, matrycy i ślepej próby
- pozwala poprawić granice wykrywalności oraz dokładność pomiarów poprzez użycie pełnego segmentu widma wokół długości fali analitu
- może być stosowany do różnych metod, nie ma ograniczeń co do liczby interferentów, które korygujemy w jednym modelu
- jest standardowym wyposażeniem oprogramowania spektrometrów Avio

PATENT PerkinElmer!



Introduction

Baseline and interfering element correction (IEC) techniques are used with ICP optical emission spectroscopy to correct analytical signals for contributions from the plasma, the matrix, or elements other than the analyte. If the contributions from these components are not corrected accurately, the analytical result will be erroneous. Yet both correction techniques rely on interpolated or extrapolated correction factors.

Baseline correction measurements typically are made at one or two wavelengths adjacent to the analyte wavelength with the assumption that the baseline at the analyte wavelength can be interpolated from the baseline correction measurement. IEC correction relies on the validity of single-point measurements made on each interfering element, assuming that the IEC measurements can be extrapolated accurately to correspond to different concentrations of the interferent. Both techniques rely on the validity of the interpolation or extrapolation. Although the two techniques can improve performance with some types of samples, they are not universally applicable.

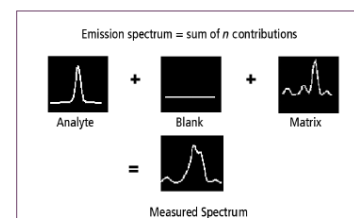


Figure 1. The measured spectrum consists of several components, demonstrating the need for improved spectral fitting techniques like MSF.

Multicomponent Spectral Fitting

For greater accuracy, using a full segment of the spectrum around the analyte wavelength is preferred to using just one or two points. To achieve that goal and to provide superior correction capabilities, PerkinElmer developed Multicomponent Spectral Fitting (MSF). Mathematically, MSF uses a multiple linear least squares model based on an analysis of the pure analyte, the matrix, and the blank (Figure 1). It sounds complicated, but it isn't. Think of it as automatic simultaneous multi-point background correction. Using MSF for spectral overlap correction requires only that a minimum of three solutions are analyzed: the blank, a pure solution of the element being determined, and pure solutions for each of the potentially interfering elements in the matrix. MSF and the computer do the rest – automatically. There are no limits on the number of interfering elements that can be included in a model. In addition, once models are developed for an element, they can be used in many different analytical methods.

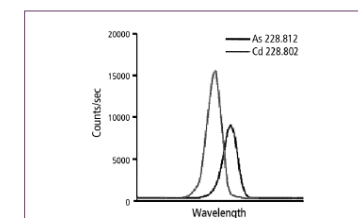
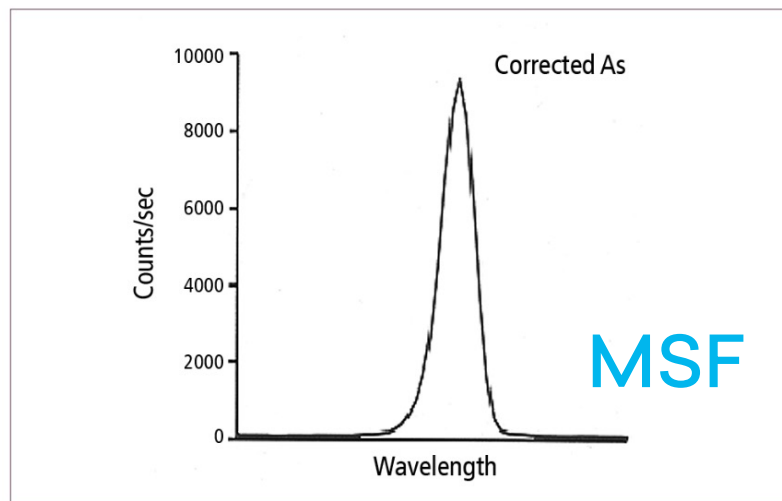
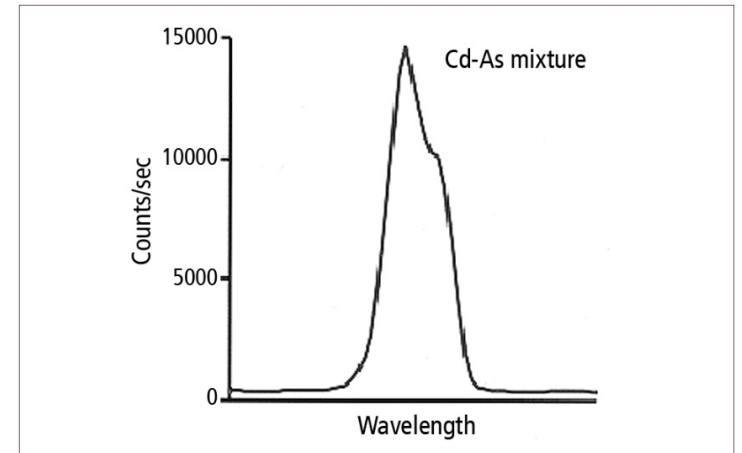
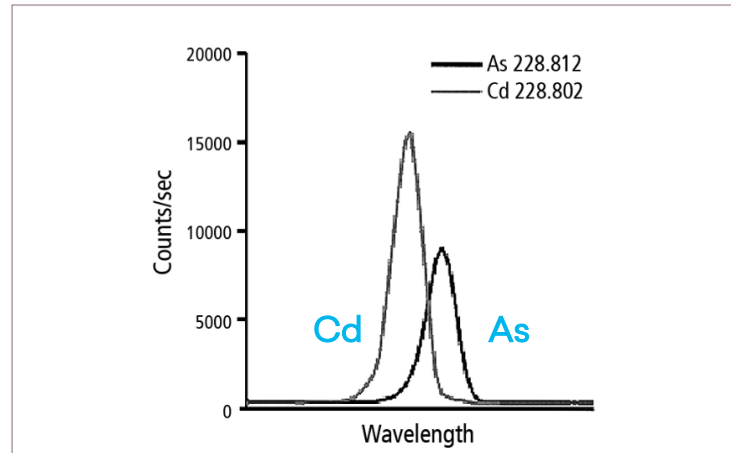


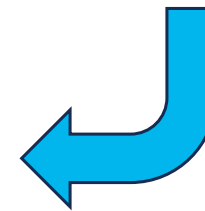
Figure 2. Running the Cd and As standards separately demonstrates the spectral overlap.

● Przykład - oznaczanie As (228.812) w obecności Cd

Linia Cd nakłada się na As, co utrudnia pomiar As przy użyciu konwencjonalnych technik korekcji tła i wymaga wyboru alternatywnej długości fali

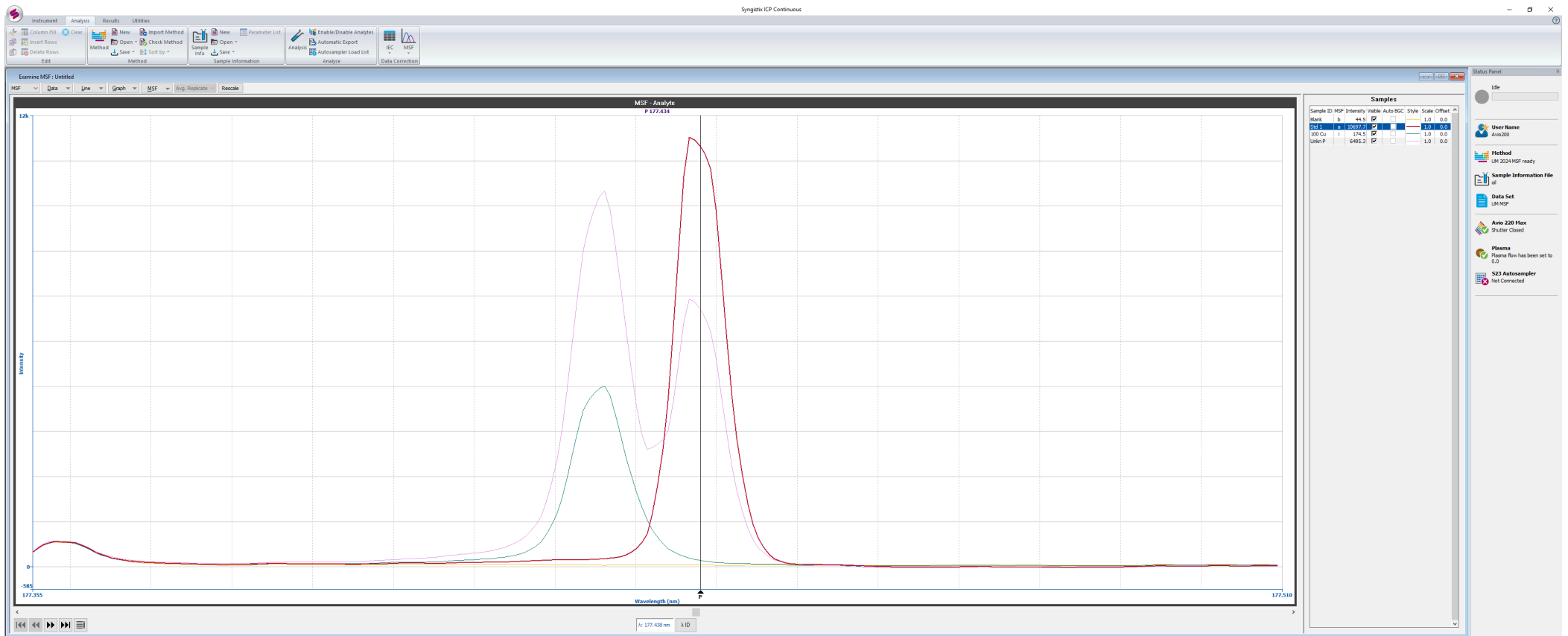


Widmo As po zastosowaniu korekcji MSF - nie wykazuje zakłóceń i umożliwia analizę ilościową



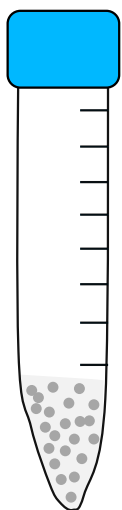
Zajęcia praktyczne - oznaczanie P w obecności Cu

Czas na praktykę 😊

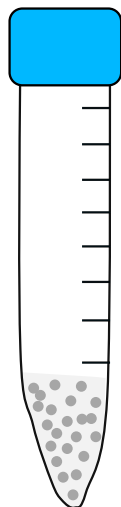


● MSF w praktyce – potrzebne roztwory

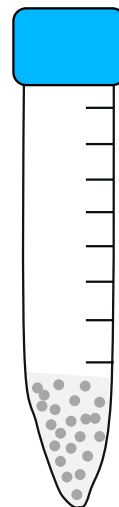
Czas na praktykę 😊



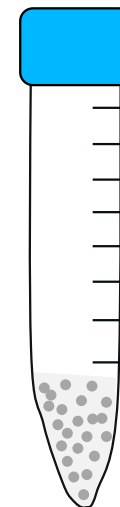
Blank
2% HNO₃



Std
P 20 mg/L



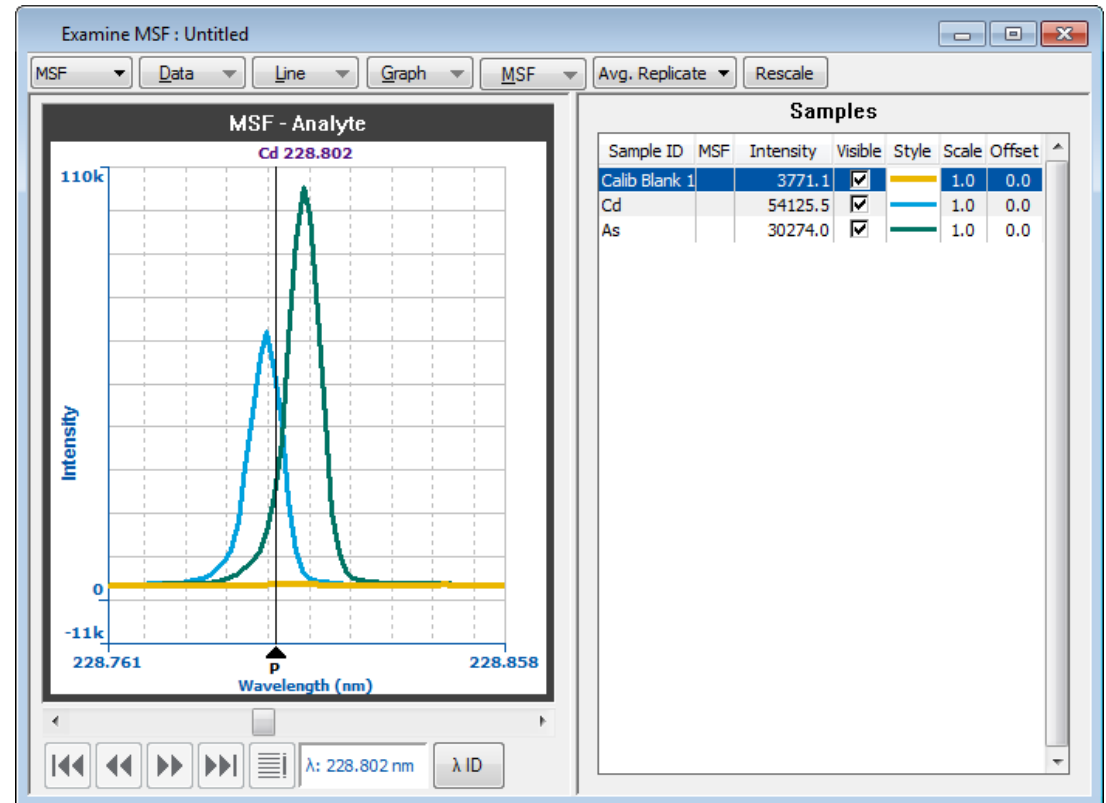
Próbka
rzeczywista
P 10 mg/L
Cu 200 mg/L



Interferent
Cu 100 mg/L

● MSF w praktyce – procedura w skrócie

1. Budowa metody zawierającej wszystkie anality
2. Pomiar wszystkich próbek wzorców i próbek
3. Rejestracja wyników
4. Ocena poszczególnych widm
5. Poprawa metody i reprocess wyników
6. Porównanie wyników uzyskanych w pierwszym kroku
7. Budowa modelu MSF
8. Reprocess uzyskanych wyników
9. Podsumowanie skuteczności podjętych działań

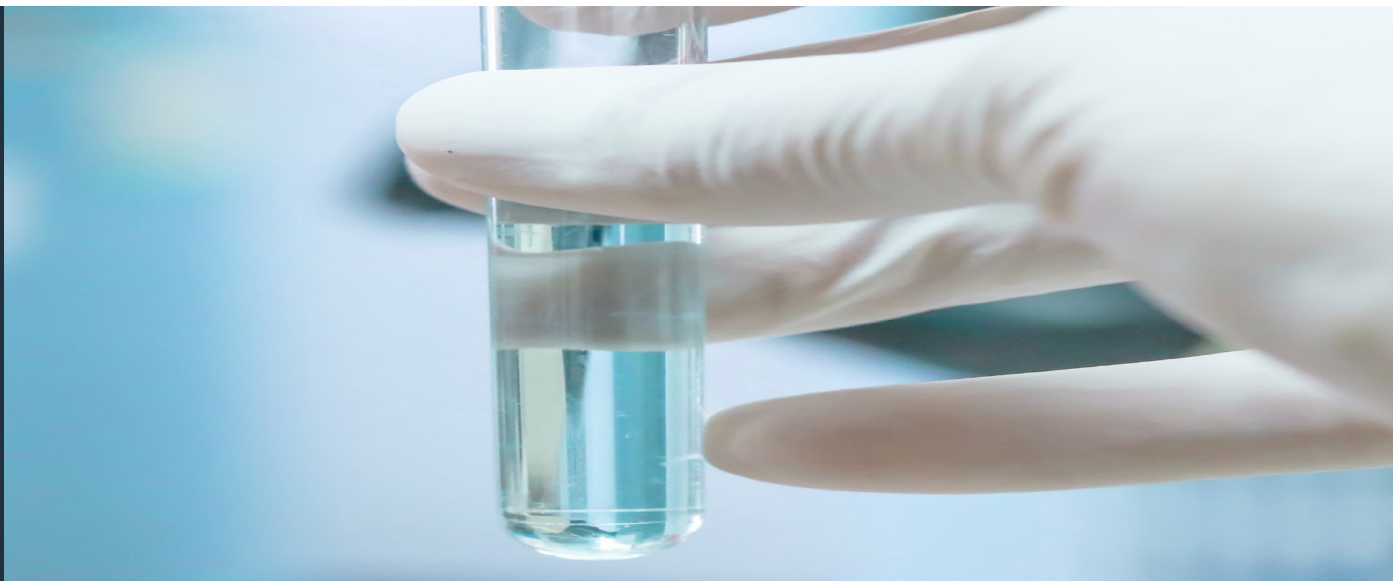


● ICP User Meeting
2024

Dziękuję za uwagę

+

Q&A



● Dorota Doniecka
Application Specialist Inorganic

m: + 48 603 315 310

e: dorota.doniecka@pepolska.pl

