

## Algorytm usuwania interferencji MSF- Multicomponent Spectral Fitting na przykładzie oznaczania fosforu w obecności miedzi.

### Wykaz niezbędnych roztworów:

- 1) **Blank** - 2% HNO<sub>3</sub>
- 2) **Standard 1** - 1-pierwiastkowy roztwór wzorca fosforu 20 mg/L
- 3) **Standard 2** - 1-pierwiastkowy roztwór wzorca miedzi 100 mg/L
- 4) **Unknown** - Próbką syntetyczna - 10 mg/L P + 200 mg/L Cu

Wszystkie roztwory należy przygotować w 2% kwasie azotowym (HNO<sub>3</sub>).

### Etapy budowania algorytmu MSF

1. Analiza próbek z użyciem domyślnych parametrów metody
  - A) Tworzenie metody
  - B) Pomiar nieznannej próbki z użyciem parametrów domyślnych
  - C) Ocena uzyskanych wyników
2. Optymalizacja metody
  - A) Korekcja widm dla poszczególnych pierwiastków w metodzie
  - B) Reprocess danych
  - C) Ocena wyników uzyskanych dla zoptymalizowanej metody
3. Budowa modelu MSF
  - A) Wprowadzenie danych do modelu
  - B) Zastosowanie modelu w metodzie
  - C) Reprocess danych i ocena uzyskanych wyników

### **Część 1: Analiza próbek z użyciem domyślnych parametrów metody**

#### **A. Zbudować metodę z użyciem funkcji Method Editor**

- a) w zakładce Spectrometer/Define Elements wybrać wszystkie długości fali zgodnie z poniższą tabelą
- b) w zakładce Calibration/Define Standards wprowadzić: Blank, Standard 1 oraz Standard 2
- c) w zakładce Calibration/Calib Units i Concentration wprowadzić wartości wskazane w tabeli poniżej

Pierwiastek	Długość fali	Standard 1 (mg/L)	Standard 2 (mg/L)
P	177.434	20	
P	178.221	20	
P	213.617	20	
P	214.914	20	
Cu	224.700		100

d) w oknie Method Editor wprowadź lub zweryfikować następujące parametry w swojej metodzie:

- Spectrometer/Settings

1 Read Parameters:

a) Wprowadzić dane dla czasów odczytu korzystając z opcji Auto:

- dla Avio 550/560: min. 5 sekund, max. 20 sekund
- dla Avio 220: min. 1 sekunda, max. 2 sekundy

2. Replicates: 2 lub 3

- Sampler/Plasma

1 Plasma Parameters

a) Ustawić właściwą wartość przepływu dla swojego nebulizera np.

- Meinhardt 0,55 ml/min
- MiraMist 0,77 ml/min

- Sampler/Peristaltic Pump

a) Wstawić wartość właściwą dla swojego nebulizera (zwykle 1 mL/min).

- Process/Peak Processing

1 Peak Algorithm: Peak Area

2 Calibration/Equations and Sample Units

a) Calibration Equation: Lin, Calc Int

b) Max. Dec. Places: 3

c) Max. Sig. Figs: 3

3 Zapisać metodę pod dowolną nazwą, która będzie w łatwy sposób identyfikowalna w czasie dalszych kroków

B. W oknie Analysis/ Manual wykonać pomiary przygotowanych roztworów zgodnie z kolejnością:

a) Nadać dowolną nazwę zbiorowi danych w Results Data Set- wskazane jest, aby odpowiadała ona nazwie metody, co pozwoli na łatwe powiązanie danych z metodą

b) Wprowadzić kapilarę do podawania próbek do roztworu Blank, upewnić się, że próbka dotarła do plazmy i wybrać Analize Blank

- c) po zebraniu wyników przełożyć kapilarę do roztworu Standard 1- 20 mg/l P i upewniwszy się, że próbka dotarła do plazmy, wybrać z listy Standard 1 i użyć Analize Standard [1]
- d) po zebraniu danych, przepłukać kapilarę w roztworze do przepłukiwania przez krótki czas
- e) przełożyć kapilarę do roztworu Standard 2- 100 mg/l Cu i upewniwszy się, że próbka dotarła do plazmy, wybrać z listy Standard 2 i użyć Analize Standard [2]
- f) pozostawić kapilarę w roztworze Standard 2, a w polu Sample ID wpisać nazwę próbki „100 Cu” i wybrać tym razem Analize Sample i dokonać pomiaru roztworu 100 mg Cu jako próbki
- g) po zebraniu danych przepłukać kapilarę w roztworze płuczącym przez krótki czas
- h) przełożyć kapilarę do roztworu „Unknown P”, wpisać taką nazwę w pole Sample ID i upewniwszy się, że próbka dotarła do plazmy, wybrać ponownie Analize Sample
- i) przełożyć kapilarę do roztworu płuczącego
- j) odczytać wyniki dla próbki „Unknown P” za pomocą okna Data Viewer i zapisać je w poniższej tabeli:

Pierwiastek	Wynik
P177.434	
P178.221	
P213.617	
P214.914	
Cu224.700	

## Część 2: Optymalizacja używanej metody

### A. Korekcja długości fali

- a) W sekcji Results otworzyć okno Examine Spectra (upewnić się, że w górnym lewym rogu tego okna wybrana jest opcja Examine a nie MSF):
  - W opcji Data: wybrać Select Data Set i wybrać plik, w którym zapisane zostały pomiary w części 1, następnie wybrać Next>
  - Wybrać wszystkie zmierzone roztwory klikając Select All, następnie wybrać Next>
  - Wybrać wszystkie zmierzone analizy klikając Select All, następnie wybrać Finish

- b) Sprawdzić i dostosować długość fali dla wszystkich analitów postępując w następujący sposób:
- Dla każdej długości fali dokonać korekcji położenia maksimum widma (pionowa linia) poruszając się strzałkami w prawo lub lewo. Aby zatwierdzić położenie nowego maksimum widma należy kliknąć prawym przyciskiem myszy i następnie wybrać Set Peak Wavelength lub naciskając „p” na klawiaturze
  - Drzeprowadzone zmiany można wprowadzić do metody klikając Method: Update Method Parameters i następnie Update & Save
  - powtórzyć czynności dla każdego analitu (wszystkich długości fali P oraz Cu)
- c) Zapisać zmiany w metodzie, używając tej samej nazwy, jak poprzednio
- d) Zamknąć okno Examine Spectra, a następnie okno Analysis

c) Reproces danych

- a) W sekcji Results otworzyć okno Reprocess
- b) Wybrać z Data Set plik z danymi zebrany w części I
- c) Podświetlić kolejne pozycje: Blank, Standard 1, Standard 2 i próbki „100 Cu” oraz „Unknown P”
- d) Kliknąć Reprocess aby przeliczyć dane
- e) Odczytać wyniki dla próbki „Unknown P” za pomocą okna Data Viewer i zapisać je w poniższej tabeli:

Pierwiastek	Wynik
P177.434	
P178.221	
P213.617	
P214.914	
Cu224.700	

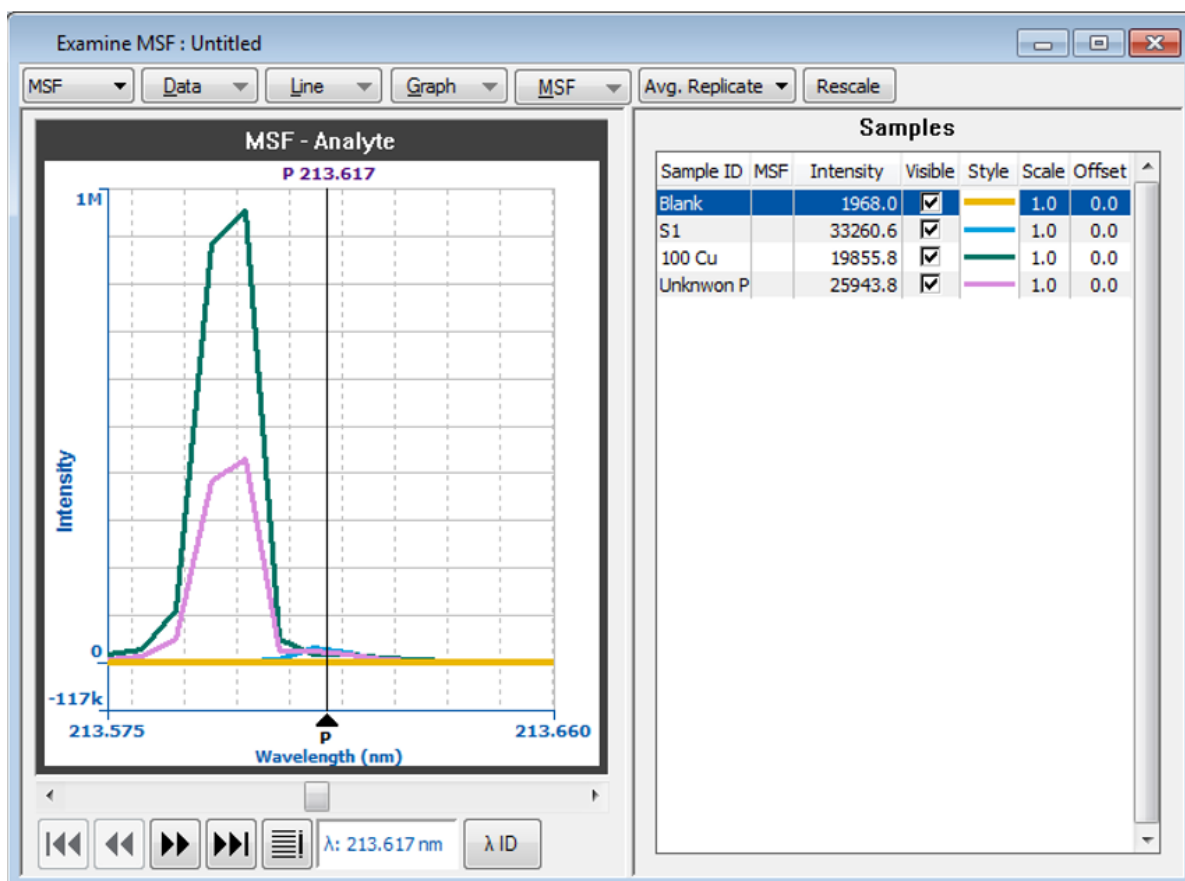
Porównać uzyskane wyniki z tymi, które zostały odczytane w części I

### Część 3: Budowa modelu MSF

#### A. Wprowadzenie danych do modelu

- a) W sekcji Results, otworzyć okno Examine
- b) W lewym górnym rogu okna Examine, z rozwijanej listy wybrać MSF (zamiast Examine)

- c) W opcji Data: wybrać Select Data Set i wybrać plik, w którym zapisane zostały pomiary w części 2 a następnie wybrać Next>
- d) Wybrać wszystkie zmierzone roztwory: Blank, Standard 1, Standard 2 oraz próbki: 100 Cu, Unknown P klikając Select All, następnie wybrać Next>
- e) Wybrać wszystkie zmierzone analizy klikając Select All, następnie wybrać Finish



## B. Budowa alfortymu MSF

- a) dla każdego analitu po kolei, po prawej stronie okna MSF wskazać funkcje: Blank, Analyte, Interference:  
(celem jest wskazanie, który ze zmierzonych roztworów model MSF ma uznać za próbkę ślepa- Blank, roztwór analitu- Analyte, a który jest interferentem- Interference)
  - podświetlić Blank, kliknąć w pole pod kolumną MSF i z listy wybrać Blank
  - podświetli Standard 1, kliknąć w pole pod kolumną MSF i z listy wybrać Analyte
  - podświetli 100 Cu, kliknąć w pole pod kolumną MSF i z listy wybrać Interference

- powtórzyć powyższe kroki dla wszystkich długości fali, pamiętając, że dla miedzi oznaczamy jedynie Blank i Analyte (nie oznaczamy Interference ponieważ w tym przypadku miedź jest analitem, a nie interferentem)
- b) zapisać model MSF rozwijając listę z okna MSF u Save As i nadać nazwę, pod którą można będzie zidentyfikować model do usuwania danej interferencji np. „model MSF dla P przy Cu”
- c) otworzyć metodę utworzoną w części 1
- d) w zakładce Process/Peak Processing, zamienić algorytm Peak Algorithm na MSF dla wszystkich analitów
- e) w zakładce Process/Spectral Corrections, wybrać z rozwijanej listy nazwę utworzonego modelu MSF i zastosować do wszystkich analitów
- f) zapisać metodę klikając Save As pod nazwą, którą łatwo będzie zidentyfikować np. „oznacz P z Cu z MSF”

### C. Reprocess danych i ocena uzyskanych wyników

- a) W sekcji Results otworzyć okno Reprocess
- b) Z Data Set wybrać plik z danymi zebranych w części 2
- c) Podświetlić kolejne pozycje: Blank, Standard 1, Standard 2 i próbki „100 Cu” oraz Unknown P”
- d) Kliknąć Reprocess aby przeliczyć dane
- e) Za pomocą Data Viewer odczytać uzyskane wyniki i zapisać je w poniższej tabeli

Wyniki uzyskane z udziałem korekcji MSF

Pierwiastek	Wynik
P177.434	
P178.221	
P213.617	
P214.914	
Cu224.700	

Porównać otrzymane wyniki z tymi, które zostały uzyskane w części 1 i 2.