

Automatización del flujo de trabajo para el análisis de suelos mediante ICP-OES

Análisis productivo de muestras de matriz compleja mediante el ICP-OES Agilent 5800 con Sistema de dilución avanzado



Autor

Daniel McCarthy
Agilent Technologies, Inc.

Introducción

Para gestionar las grandes cargas de muestras típicas de muchos laboratorios de análisis medioambientales, los usuarios de ICP-OES necesitan instrumentos que ofrezcan tiempos de análisis rápidos de muestra a muestra, al tiempo que generan resultados de alta calidad de forma constante. Agilent ha desarrollado el Sistema de dilución avanzado (ADS 2) para instrumentos ICP-OES (e ICP-MS) Agilent. El ADS 2 es un sistema inteligente de autodilución que incluye un sistema avanzado de válvula (AVS). El sistema mejora la productividad de los flujos de trabajo ICP-OES al automatizar muchas tareas manuales a lo largo de la secuencia analítica.¹

Tradicionalmente, la ejecución satisfactoria de un método ICP-OES ha dependido de tareas manuales realizadas por un analista. Ejemplos de estas acciones son la preparación de patrones de calibración y la dilución de muestras como parte de un procedimiento general de preparación de muestras. Además, si las mediciones iniciales de las muestras producen resultados que están por encima del intervalo de calibración y/o del rango dinámico lineal, el analista diluiría aún más las muestras. La contaminación de los reactivos o los errores del usuario pueden introducirse en cada una de estas etapas manuales, comprometiendo potencialmente la calidad de los resultados.

La inclusión de una válvula de conmutación como parte del sistema de introducción de muestras ICP-OES puede aumentar significativamente el rendimiento de las muestras. La inclusión adicional de un accesorio de autodilución puede ayudar a eliminar los errores del usuario asociados a la realización manual de las diluciones. Sin embargo, muchos accesorios de autodilución funcionan de forma que niegan parcialmente las ventajas de una válvula de conmutación, lo que afecta al rendimiento de la muestra cuando no se realizan diluciones. Sin embargo, con el sistema de autodilución ADS 2, los usuarios pueden disfrutar de todas las ventajas de la automatización de las acciones laboriosas y propensas a errores que conlleva la preparación de los patrones de calibración y la dilución de las muestras. Todas estas ventajas pueden lograrse sin comprometer los beneficios del rendimiento de las muestras obtenidos con la válvula de conmutación AVS 7. Cuando no se requieren diluciones, el accesorio tiene un impacto mínimo en el tiempo de medición de muestra a muestra.

En este estudio se utilizó un ICP-OES Vertical Dual View (VDV) Agilent 5800 equipado con una válvula de conmutación AVS 7 y un sistema de autodilución ADS 2 (Figura 1) para analizar muestras de suelo según el método estándar EPA 6010D.² Dado que el contenido de las muestras de suelo es muy variable, el método requiere que se utilice un amplio intervalo de patrones de calibración. La capacidad del ADS 2 para crear calibraciones lineales y diluir reactivamente muestras por encima del intervalo permitió al ICP-OES 5800 con AVS 7 obtener datos de alta calidad y lograr tiempos de muestra a muestra adecuados para aplicaciones de alto rendimiento.

Las muestras de suelo se prepararon mediante digestión con ácido nítrico (HNO₃) asistida por microondas según el método 3051A de la EPA.³ Los 32 elementos incluidos en este estudio son plata, aluminio, arsénico, boro, bario, berilio, calcio, cadmio, cerio, cobalto, cromo, cobre, hierro, mercurio, potasio, litio, magnesio, manganeso, molibdeno, sodio, níquel, fósforo, plomo, antimonio, selenio, estaño, estroncio, titanio, talio, vanadio, zinc y circonio.

Experimento

Instrumentación

ICP-OES

Todas las mediciones se realizaron con el ICP-OES 5800 VDV operado con el software Agilent ICP Expert Pro. La antorcha vertical del ICP-OES 5800 garantiza mediciones robustas durante periodos prolongados para un intervalo de muestras, incluidas las muestras de suelo altamente variables que pueden analizarse con el método EPA 6010D. Además, el sofisticado detector VistaChip III del instrumento proporciona una cobertura de longitudes de onda continua de alta velocidad, lo que permite al analista elegir varias longitudes de onda para cada elemento sin añadir retraso de tiempo al análisis.



Figura 1. ICP-OES 5800 VDV Agilent con válvula de conmutación AVS integrada (izquierda), Agilent ADS 2 (centro) y muestreador automático Agilent SPS 4 (derecha).

Sistema de autodilución y preparación de muestras

Para la autodilución, el análisis rápido de muestras y el alto rendimiento de las mismas, el ICP-OES 5800 VDV se equipó con el ADS 2 y un muestreador automático Agilent SPS 4 (Figura 1).

El ADS 2 es un sistema de autodilución de doble jeringa y tres válvulas que se encuentra junto al instrumento y se controla totalmente mediante el software ICP Expert Pro*. Al realizar una autodilución, las jeringas suministran rápidamente diluyente y muestra a un loop en una proporción precisa para lograr factores de dilución entre 2 y 400. Cuando no se realiza una autodilución, una válvula de conmutación permite que la muestra eluda el sistema ADS 2 casi por completo. Este diseño garantiza que se mantengan las ventajas de un tiempo de toma de muestra rápido y un alto rendimiento de esta cuando las muestras no requieren dilución.

El ICP-OES 5800 estaba equipado con una cámara de nebulización concéntrica de doble paso, una antorcha VDV desmontable Easy-fit con un inyector de 1,8 mm y un nebulizador SeaSpray. En las Tablas 1 a 3 se indican las condiciones de funcionamiento del instrumento.

Tabla 1. Parámetros del método y del instrumento del ICP-OES Agilent 5800 VDV.

| Parámetro | Ajuste | |
|-------------------------------------|----------------------------------|--------|
| | Axial | Radial |
| Modo de visualización | | |
| Tiempo de lectura (s) | 10 | 10 |
| Réplicas | 3 | 3 |
| Retardo en la toma de muestras (s) | 0 | |
| Tiempo de estabilización (s) | 10 | 0 |
| Tiempo de lavado (s) | 0 | |
| Velocidad de la bomba (rpm) | 12 | |
| Potencia de RF (kW) | 1,2 | |
| Flujo auxiliar (l/min) | 1 | |
| Flujo del plasma (l/min) | 12 | |
| Flujo del nebulizador (l/min) | 0,7 | |
| Altura de visualización (mm) | NA | 8 |
| Tubos para bomba de muestras | Blanco-blanco | |
| Tubos para bomba del patrón interno | Negro-negro | |
| Tubos para bomba de residuos | Azul-azul | |
| Corrección del ruido | Fuera de pico izquierda/derecha* | |

*Los analistas que utilizan el método US EPA 6010D suelen emplear la corrección del ruido fuera de pico y la corrección interelemental (IEC).

Tabla 2. Parámetros del sistema de la válvula de conmutación Agilent AVS 7.

| Parámetro | Ajuste |
|--|--------|
| Tamaño del loop de muestra (ml) | 1,5 |
| Velocidad de la bomba: toma de muestra (ml/min) | 40 |
| Velocidad de la bomba: inyección (ml/min) | 7 |
| Retardo en la toma de muestras de la válvula (s) | 11 |
| Tiempo de inyección de burbujas (s) | 1,4 |
| Tiempo de lavado preventivo (s) | 2 |

Tabla 3. Parámetros de sistema de autodilución Agilent ADS 2.

| Parámetro | Ajuste |
|---|--------|
| Tamaño del loop de dilución (ml) | 1,5 |
| Volumen de la jeringa portadora (ml) | 5 |
| Volumen de la jeringa de diluyente (ml) | 10 |

Preparación de patrones y muestras

Patrones de calibración

Las soluciones madre del patrón de calibración y los patrones de corrección de interferencias se prepararon a partir de diversas soluciones madre de un solo elemento adquiridas a High-Purity Standards (Charleston, SC, EE. UU.)*. Se prepararon cuatro soluciones madre de alta concentración que comprendían diferentes combinaciones de los patrones de un solo elemento en HNO₃ al 10 %.

A continuación, se prepararon automáticamente en línea múltiples diluciones de las soluciones madre del patrón de calibración y se introdujeron en el ICP-OES 5800 mediante el sistema ADS 2. Los patrones de calibración se analizaron con factores de dilución de 100, 10 y 1 (sin diluir). Si el intervalo de calibración debe abarcar más órdenes de magnitud, el sistema ADS 2 permite utilizar varios patrones madre independientes que contengan elementos a diferentes concentraciones.

Materiales y muestras de referencia

La precisión del método se evaluó analizando tres materiales de referencia estándar (SRM) del Instituto Nacional de Normas y Tecnología: 2709a Suelo de San Joaquín, 2710a Suelo de Montana I y 2711a Suelo de Montana II. El AVS 7 añadió automáticamente en línea a todas las soluciones una solución patrón interno (PI) que contenía 5 ppm de itrio (Y), 5 ppm de lutecio (Lu), 5 ppm de iridio (Ir) y 100 ppm de rubidio (Rb) en HNO₃ al 10 %.

Preparación de muestras

Las muestras SRM de suelo se prepararon para su análisis siguiendo las directrices de la EPA 3051A. Se pesaron con precisión unos 0,75 g de cada muestra y se transfirieron a un contenedor limpio de cuarzo para microondas. Las muestras se dejaron predigerir en 6 ml de agua desionizada (DI) de 18 MΩ (Millipore) y 6 ml de HNO₃ (Merck) durante aproximadamente 15 minutos. A continuación, se tapó el contenedor y se colocó en un sistema de digestión por microondas CEM Blade (CEM Corporation, NC, EE. UU.) para la digestión utilizando el programa que se indica en la Tabla 4. Una vez enfriadas, las soluciones se enrasaron a 50 ml con agua desionizada. Las muestras se mezclaron a fondo utilizando un mezclador vórtex y, a continuación, se centrifugaron a 3.000 rpm durante 10 minutos.

*También hay disponibles patrones monoelementales de Agilent.

Tabla 4. Parámetros del método de microonda.

| Parámetro | Ajuste |
|------------------|--------|
| Temperatura (°C) | 115 |
| Presión (psi) | 700 |
| Rampa (min) | 5 |
| Espera (min) | 10 |

Autodilución prescriptiva

El sistema de autodilución ADS 2 puede utilizarse para realizar una dilución prescriptiva adicional de la muestra. El analista especifica un factor de dilución en el software ICP Expert y el ADS 2 realizará entonces la dilución automáticamente como parte de la ejecución de la hoja de trabajo. La autodilución prescriptiva es una herramienta útil para los laboratorios que tradicionalmente realizan una dilución manual de algunas o todas las muestras antes de la medición. Esta predilución se realiza normalmente para muestras que necesitan un paso de dilución adicional después de la preparación inicial, muestras con elementos conocidos de rango excesivo (especialmente elementos difíciles de aclarar como el boro) o muestras de matriz excesivamente compleja. La autodilución prescriptiva también puede utilizarse para preparar soluciones de control de calidad (CC), como la verificación de calibración inicial y continua (ICV, CCV), y soluciones de CC de bajo nivel (LL) con un factor de dilución conocido a partir de una solución madre preelaborada. La automatización de la preparación de las soluciones de control de calidad elimina otra posible fuente de error y permite al usuario realizar análisis de datos con la certeza de que las soluciones se han preparado correctamente. El ADS 2 se utilizó para preparar las soluciones de control de calidad en este estudio.

Autodilución reactiva y resúmenes de resultados

El sistema ADS 2 realiza una dilución automática de cualquier muestra que supere los parámetros de control de calidad. Si una muestra supera los límites de concentración definidos por el usuario, el software ICP Expert calcula el factor de dilución adecuado necesario para situar los analitos fuera de intervalo en el intervalo de calibración. A continuación, se vuelve a analizar la muestra correspondiente tras la autodilución.

Los usuarios de ADS 2 tienen un alto grado de control sobre qué resultados desencadenan una autodilución reactiva. Los usuarios pueden activar o desactivar fácilmente la autodilución reactiva para sus métodos en función de la longitud de onda y aplicar esa configuración a todas las muestras de su hoja de trabajo. También es posible definir con precisión qué longitudes de onda deben desencadenar una autodilución para diferentes lotes de muestras en una hoja de trabajo, o por muestra. Esta opción puede permitir un ahorro de tiempo significativo en situaciones en las que puede no ser necesario obtener resultados dentro del intervalo para todos los analitos en todas las muestras.

Además, los usuarios tienen cierto grado de control sobre los factores de dilución que generará el software cuando se produzca un exceso de intervalo de calibración. Con el software ICP Expert, los usuarios pueden optar por la dilución reactiva para reducir las concentraciones por encima del rango hasta el extremo medio o bajo del intervalo de calibración del analito. Esta opción permite que las diluciones ofrezcan el resultado de mayor precisión midiendo la concentración diluida en un punto en el que se sabe que la calibración es lineal.

Cuando se han obtenido varios conjuntos de resultados para una muestra mediante el reanálisis de varias diluciones, el software ICP Expert puede proporcionar un único resultado «resumido» al usuario. El resultado resumido consiste únicamente en los resultados de analitos que son aceptables (de acuerdo con los parámetros de control de calidad definidos por el usuario) de cada dilución. No es necesaria la interacción del analista ni para la dilución ni para la creación del resumen de resultados, lo que supone un importante ahorro de mano de obra y mejora los índices de aceptación de los resultados de las muestras.

Resultados y comentarios

Límites de detección del instrumento y del método

Los límites de detección del instrumento (IDL) se determinaron utilizando las condiciones de funcionamiento del ICP-OES 5800 VDV que figuran en la Tabla 1. Una vez determinados los IDL, se preparó una solución enriquecida a una concentración de 300 a 500 veces el IDL en HNO₃ al 10 % (la misma matriz utilizada para las soluciones de calibración). A continuación, esta solución se diluyó para la medición entre tres y cinco veces el IDL utilizando el sistema de autodilución ADS 2. Para determinar el límite de detección del método (MDL), la solución se analizó 10 veces a lo largo de tres días. El MDL se calculó como tres sigma de la medición enriquecida (Tabla 5).

Tabla 5. MDL en la solución y en la muestra sobre la base de 0,75 g de muestra en 50 ml.

| Elemento | Longitud de onda (nm) | MDL en solución (mg/l) | MDL en muestra (mg/kg) | Elemento | Longitud de onda (nm) | MDL en solución (mg/l) | MDL en muestra (mg/kg) |
|----------|-----------------------|------------------------|------------------------|----------|-----------------------|------------------------|------------------------|
| Ag | 328,068 | 0,0004 | 0,0225 | Mn | 257,610 | 0,0001 | 0,0072 |
| Al | 237,312 | 0,0214 | 1,37 | Mo | 204,598 | 0,0011 | 0,0692 |
| As | 188,980 | 0,0039 | 0,252 | Na | 589,592 | 0,0071 | 0,454 |
| B | 249,678 | 0,0003 | 0,0158 | Ni | 231,604 | 0,0005 | 0,034 |
| Ba | 233,527 | 0,0002 | 0,0117 | P | 213,618 | 0,0004 | 0,0264 |
| Be | 313,107 | 2E-05 | 0,0013 | Pb | 220,353 | 0,0028 | 0,175 |
| Ca | 317,933 | 0,0036 | 0,231 | Sb | 217,582 | 0,0063 | 0,399 |
| Cd | 214,439 | 0,0001 | 0,0068 | Se | 196,026 | 0,0038 | 0,244 |
| Ce | 418,659 | 0,001 | 0,0653 | Si | 251,611 | 0,0013 | 0,0817 |
| Co | 230,786 | 0,0006 | 0,0348 | Sn | 189,925 | 0,0038 | 0,239 |
| Cr | 205,56 | 0,0003 | 0,0181 | Sr | 421,552 | 0,0001 | 0,0044 |
| Cu | 327,395 | 0,0004 | 0,0239 | Ti | 334,941 | 0,0001 | 0,0053 |
| Fe | 238,204 | 0,0008 | 0,0487 | Tl | 190,794 | 0,0046 | 0,29 |
| Hg | 184,887 | 0,001 | 0,0644 | V | 292,401 | 0,0008 | 0,0527 |
| K | 766,491 | 0,0903 | 5,75 | Zn | 206,2 | 0,0005 | 0,0331 |
| Li | 670,783 | 0,0012 | 0,0779 | Zr | 327,307 | 0,0002 | 0,0127 |
| Mg | 285,213 | 0,0005 | 0,0295 | | | | |

Autocalibración y linealidad

La Figura 2 muestra curvas de calibración representativas para un elemento principal (Al) y un elemento traza (As). Todas las calibraciones mantuvieron un coeficiente de correlación mínimo $\geq 0,9998$. Cada calibración para todos los elementos fue creada por el ADS 2 auto diluyendo patrones stock individuales a factores de dilución 100x, 10x, y 1x. La inclusión de un blanco proporcionó una calibración de cuatro puntos para cada elemento en un amplio intervalo de concentración.

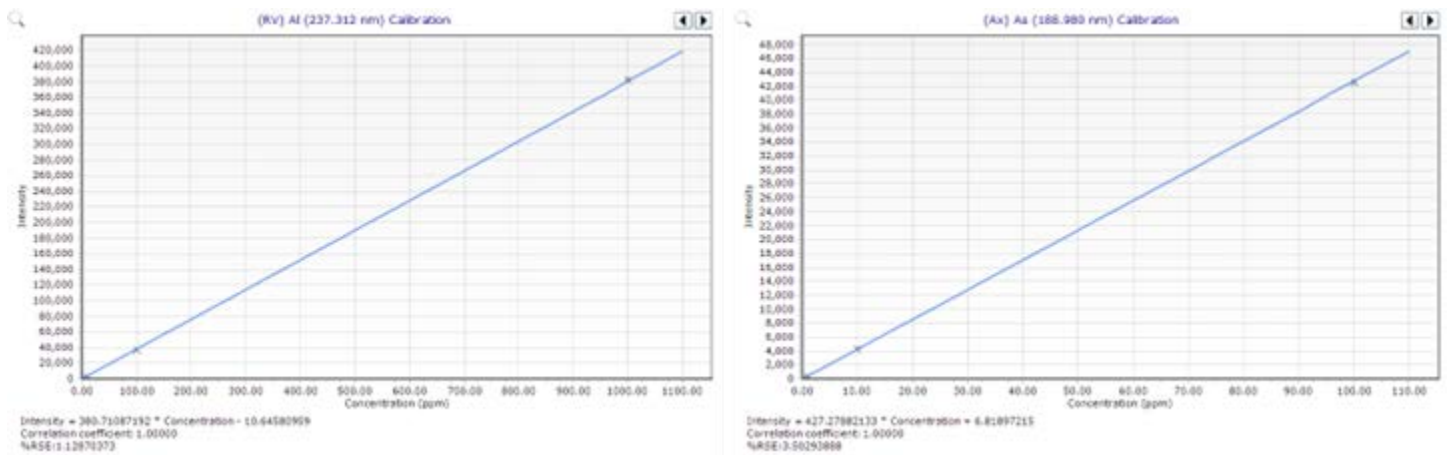


Figura 2. Curvas de calibración representativas para Al y As que contienen un blanco y patrones de 1, 10 y 100 ppm. Los puntos de calibración se generaron mediante dilución de patrones madre de un solo elemento utilizando el sistema de autodilución ADS 2 de Agilent.

Pruebas de recuperación de matrices adicionadas (MS) y SRM

La Tabla 6 resume los resultados del análisis de los tres SRM de suelo utilizando el ICP-OES 5800 VDV con ADS 2. Todos los elementos se midieron dentro del intervalo esperado siguiendo el procedimiento de extracción por microondas con HNO₃ EPA 3051A. Los suelos suelen contener elementos en un amplio intervalo de concentraciones, con metales como Al, Ca, Fe, K, Mg y Na a menudo presentes en niveles elevados.

Por lo tanto, fue necesario diluir la muestra de la SRM para garantizar que se pudieran diluir resultados dentro del intervalo para todos los analitos. Estas diluciones se realizaron automáticamente utilizando la capacidad de dilución reactiva del ADS 2, y el software ICP Expert recopiló automáticamente un único resumen de los resultados de cada muestra.

Tabla 6. Resultados de tres SRM de suelo medidos con el ICP-OES 5800 VDV Agilent con ADS 2. Todas las unidades: mg/kg.

| Elemento | Dilución usada | SRM 2709a | | | SRM 2710a | | | SRM 2711a | | |
|----------|----------------|-----------------|-----------------|--------|-----------------|-----------------|--------|-----------------|-----------------|--------|
| | | Límite inferior | Límite superior | Medida | Límite inferior | Límite superior | Medida | Límite inferior | Límite superior | Medida |
| Al | 10 | 13.000 | 17.000 | 16.262 | 8.200 | 12.000 | 9.441 | 9.800 | 15.000 | 14.075 |
| Ca | 10 | 12.000 | 14.000 | 13.748 | 1.700 | 2.000 | 1.855 | 14.000 | 17.000 | 16.028 |
| Fe | 10 | 22.000 | 26.000 | 25.923 | 30.000 | 36.000 | 34.262 | 14.000 | 18.000 | 15.464 |
| K | 10 | 2.600 | 4.000 | 3.023 | 3.800 | 4.700 | 4.189 | 3.300 | 4.600 | 4.174 |
| Mg | 10 | 9.700 | 11.000 | 10.932 | 3.200 | 3.600 | 3.427 | 5.000 | 6.600 | 6.292 |
| Na | 10 | 460 | 610 | 527 | 550 | 650 | 582 | 140 | 210 | 145 |
| Ag | 1 | 0,14 | 4,1 | 0,6 | 31 | 39 | 3,8 | 4 | 6,1 | 5,5 |
| As | 1 | 6,4 | 10,0 | 10,0 | 1.300 | 1.600 | 1.577 | 81 | 110 | 102 |
| B | 1 | | | 30,0 | | | 3,5 | | | 7,2 |
| Ba | 1 | 350 | 400 | 384 | 490 | 540 | 515 | 170 | 220 | 185 |
| Be | 1 | 0,5 | 0,72 | 0,7 | 0,24 | 0,51 | 0,5 | 0,73 | 1,10 | 1,05 |
| Cd | 1 | 0,33 | 0,66 | 0,33 | 9,6 | 12 | 12,0 | 43 | 56 | 53 |
| Ce | 1 | | | 30,1 | | | 23,1 | | | 42,1 |
| Co | 1 | 8,2 | 13 | 10,2 | 2,8 | 5,2 | 3,0 | 5,5 | 9 | 7,0 |
| Cr | 1 | 46 | 67 | 55,7 | 9,2 | 11 | 9,2 | 12 | 18 | 13,8 |
| Cu | 1 | 24 | 28 | 28 | 3.100 | 3.500 | 3.242 | 120 | 160 | 130 |
| Hg | 1 | 0,79 | 0,92 | 0,8 | 9,3 | 12 | 9,9 | 6,3 | 8,3 | 7,7 |
| Li | 1 | | | 28,2 | | | 9,3 | | | 11,3 |
| Mn | 1 | 380 | 450 | 450 | 1.500 | 1.800 | 1.578 | 450 | 580 | 504 |
| Mo | 1 | | | 1,1 | | | 7,5 | | | 1,1 |
| Ni | 1 | 59 | 71 | 70,5 | 4,8 | 6 | 5,1 | 13 | 18 | 15,0 |
| P | 1 | | | 567 | | | 915 | | | 715 |
| Pb | 1 | 8,1 | 11 | 10,0 | 4.700 | 5.800 | 5.259 | 1.100 | 1.400 | 1.294 |
| Sb | 1 | 1,2 | 1,5 | 1,2 | 5 | 12 | 6,2 | 2,8 | 7,2 | 3,1 |
| Se | 1 | 0,69 | 1,9 | 0,8 | 1,5 | 2,6 | 2,1 | 1,4 | 1,9 | 1,8 |
| Sn | 1 | | | 0,8 | | | 7,6 | | | 2,6 |
| Sr | 1 | | | 98,8 | | | 53,9 | | | 36,7 |
| Ti | 1 | | | 147 | | | 622 | | | 174 |
| Tl | 1 | 0,74 | 1,6 | 0,8 | 1,3 | 3,6 | 3,2 | 0,71 | 3,1 | 2,8 |
| V | 1 | 43 | 71 | 53,5 | 35 | 43 | 36,2 | 24 | 34 | 27,5 |
| Zn | 1 | 69 | 87 | 84,9 | 3.300 | 4.400 | 3.882 | 310 | 380 | 361 |
| Zr | 1 | | | 5,6 | | | 8,1 | | | 8,1 |

Los resultados que figuran en la Tabla 6 se obtuvieron sin añadir HCl, que a menudo se añade a las muestras para garantizar la estabilidad de trazas de elementos como Ag, Sb y Hg en solución. Se obtuvieron recuperaciones dentro del intervalo esperado para Ag en dos de la SRM y para Sb y Hg en los tres SRM. Para determinar la exactitud de la medición de todos los oligoelementos sin la adición de HCl, se añadieron 0,4 ml de una solución enriquecida a 10 ml de cada digestión SRM dando como resultado la adición mostrada en la columna «Concentración enriquecida» de la Tabla 7. Los resultados de la recuperación de la adición para todos los elementos, incluidos Ag, Sb y Hg, estaban dentro de los criterios de aceptación de $\pm 25\%$ especificados en EPA 6010D. Los valores medidos y esperados para las muestras enriquecidas se muestran en mg/l en solución.

Tabla 7. Resultados de recuperación de la adición de oligoelementos añadidos a las digestiones SRM de suelo. Todas las unidades: mg/ l.

| Elemento | Concentración enriquecida | SRM 2709a | | | SRM 2710a | | | SRM 2711a | | |
|----------|---------------------------|-----------|----------|----------------|-----------|----------|----------------|-----------|----------|----------------|
| | | Medida | Esperada | Recuperación % | Medida | Esperada | Recuperación % | Medida | Esperada | Recuperación % |
| Ag | 0,96 | 1,04 | 0,97 | 107 | 1,05 | 1,02 | 103 | 1,11 | 1,04 | 107 |
| As | 0,96 | 1,09 | 1,11 | 99 | 23,58 | 23,76 | 81 | 2,45 | 2,43 | 102 |
| B | 0,10 | 0,53 | 0,53 | 103 | 0,14 | 0,15 | 98 | 0,21 | 0,20 | 106 |
| Be | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 102 | 0,10 | 0,10 | 99 | 0,11 | 0,11 | 103 |
| Cd | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 98 | 0,27 | 0,27 | 98 | 0,87 | 0,86 | 116 |
| Ce | 0,96 | 1,39 | 1,39 | 99 | 1,27 | 1,29 | 98 | 1,57 | 1,57 | 100 |
| Co | 0,10 | 0,23 | 0,24 | 92 | 0,13 | 0,14 | 93 | 0,19 | 0,20 | 97 |
| Cr | 0,96 | 1,76 | 1,76 | 100 | 1,08 | 1,09 | 98 | 1,18 | 1,16 | 102 |
| Cu | 0,96 | 1,33 | 1,36 | 97 | 47,69 | 47,85 | 84 | 2,85 | 2,83 | 101 |
| Hg | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 103 | 0,23 | 0,24 | 96 | 0,21 | 0,21 | 106 |
| Li | 0,96 | 1,37 | 1,37 | 100 | 1,07 | 1,10 | 97 | 1,15 | 1,13 | 102 |
| Mo | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 102 | 0,20 | 0,20 | 100 | 0,12 | 0,11 | 104 |
| Ni | 0,10 | 1,10 | 1,11 | 93 | 0,17 | 0,17 | 96 | 0,31 | 0,31 | 101 |
| P | 0,96 | 9,06 | 9,13 | 93 | 14,10 | 14,20 | 90 | 11,39 | 11,30 | 110 |
| Sb | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 97 | 0,20 | 0,19 | 109 | 0,14 | 0,14 | 101 |
| Se | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 98 | 0,11 | 0,13 | 84 | 0,14 | 0,12 | 118 |
| Sn | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 99 | 0,20 | 0,21 | 96 | 0,14 | 0,13 | 102 |
| Ti | 0,96 | 3,19 | 3,09 | 111 | 10,07 | 9,96 | 111 | 3,59 | 3,47 | 112 |
| Tl | 0,10 | 0,10 | 0,11 | 96 | 0,14 | 0,14 | 94 | 0,13 | 0,14 | 89 |
| V | 0,96 | 1,76 | 1,73 | 103 | 1,49 | 1,48 | 101 | 1,41 | 1,36 | 106 |
| Zr | 0,10 | 0,17 | 0,18 | 96 | 0,21 | 0,21 | 93 | 0,21 | 0,21 | 99 |
| Sr | 0,10 | 1,52 | 1,52 | 99 | 0,87 | 0,88 | 96 | 0,64 | 0,63 | 118 |

Estabilidad a largo plazo

La figura 3 muestra el nivel de precisión de dilución que puede alcanzarse utilizando el ADS 2 para preparar soluciones de control de calidad. Para determinar la estabilidad del ICP-OES 5800 VDV y la coherencia de las autodiluciones repetidas por el ADS 2 a lo largo del tiempo, se analizaron 258 soluciones durante siete horas. Las soluciones consistieron en una muestra de suelo digerida y la solución CCV, que se creó mediante dilución 10x a partir de un patrón para cada medición utilizando el sistema de autodilución ADS 2. El CCV se midió cada 10 muestras. Para mostrar la estabilidad del ICP-OES 5800 y la consistencia de la dilución del ADS 2 a lo largo de una serie prolongada, se representó gráficamente la recuperación de la solución de CCV frente al tiempo. Todos los resultados del CCV se situaron dentro del $\pm 10\%$ de los valores esperados, y la RSD fue $< 2\%$ para todos los elementos.

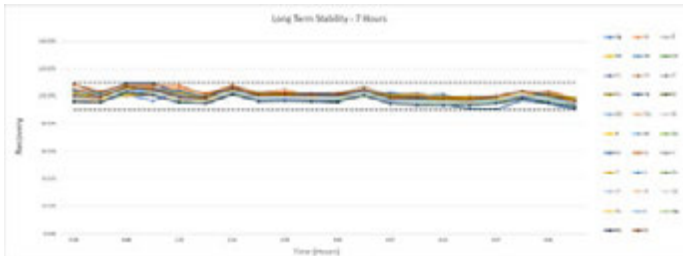


Figura 3. Prueba de estabilidad a largo plazo que muestra la recuperación de la solución de CCV analizada durante siete horas. Las líneas de puntos muestran los límites de control de $\pm 10\%$.

Productividad en el análisis de muestras

La Tabla 8 muestra los tiempos de muestreo obtenidos por este método a varios factores de dilución utilizando el ADS 2. Los tiempos se obtuvieron promediando los tiempos entre muestras en 10 mediciones duplicadas de muestras en cada factor de dilución. Todos los tiempos incluyen los 60 s de tiempo total de medición, como se indica en la Tabla 1.

Tabla 8. Tiempos de muestra a muestra conseguidos utilizando el ADS 2 con varios factores de dilución diferentes.

| Factor de dilución | Tiempo de muestra total |
|--------------------|-------------------------|
| 1 (Sin diluir) | 1 min 30 s |
| 10 | 1 min 56 s |
| 100 | 1 min 58 s |
| 200 | 2 min 1 s |

El tiempo de muestra a muestra sin diluir conseguido en esta aplicación añade solo dos segundos al tiempo conseguido en un estudio anterior sobre el análisis de muestras de residuos mediante ICP-OES 5800 con AVS 7 según el método 6010D de la US EPA.⁴ En el estudio anterior no se utilizó ningún sistema de autodilución. Los tiempos ponen de manifiesto el mínimo impacto que tiene el ADS 2 en el rendimiento de las muestras cuando no es necesaria la dilución de la muestra.

Conclusión

El ICP-OES 5800 VDV Agilent es el instrumento ideal para los laboratorios que buscan una excelente precisión de los resultados y un alto rendimiento de las muestras, cumpliendo al mismo tiempo los requisitos de la metodología US EPA 6010D. La integración del sistema de autodilución Agilent ADS 2 con el ICP-OES 5800 y la válvula de conmutación AVS 7 mejora la eficiencia del flujo de trabajo, especialmente para el análisis de muestras complejas, como el suelo. Entre las ventajas del sistema de automatización del flujo de trabajo ICP-OES de Agilent para el análisis de muestras medioambientales se incluyen:

- Autocalibración que realiza la creación automatizada y en tiempo real de calibraciones multinivel a partir de soluciones madre iniciales únicas. Con el ADS 2 se pueden conseguir diluciones de hasta 400 veces, lo que permite autocalibraciones que abarcan un amplio intervalo de concentraciones. El sistema también genera diluciones excepcionalmente repetibles durante largos periodos de tiempo, lo que garantiza una calibración día a día coherente.
- Autodilución prescriptiva que permite a un analista especificar un factor de dilución para una premedición de muestra y hacer que el ADS 2 realice esa dilución automáticamente como parte de la serie de la hoja de trabajo. En comparación con las diluciones manuales más tradicionales que se realizan en muchos laboratorios, la autodilución prescriptiva permite un ahorro de tiempo considerable, reduce el riesgo de error humano y disminuye el riesgo de contaminación.
- La autodilución reactiva indica al ADS 2 que diluya automáticamente las muestras si el resultado de un analito o de un patrón interno queda fuera de los rangos aceptables definidos por el usuario. Esta función inteligente de autodilución reduce significativamente la necesidad de volver a analizar las muestras al final de una serie, lo que mejora los plazos de entrega y reduce el coste total por muestra.
- La capacidad de resumen de resultados del software Agilent ICP Expert ahorra aún más tiempo al recopilar automáticamente los resultados obtenidos en múltiples diluciones de una muestra en una única fila fácil de interpretar en la página de análisis.

El 5800 ICP-OES con ADS 2 proporcionó los MDL inferiores a 1 mg/kg para la mayoría de los elementos de la muestra, lo que pone de manifiesto la sensibilidad del método para el análisis multielemental de suelos. Las recuperaciones de elementos en los MER de suelo dentro del intervalo esperado confirmaron la idoneidad del método de preparación de muestras. Los analitos traza introducidos en la SRM de suelo se recuperaron dentro de un margen de $\pm 20\%$, lo que demuestra la precisión del método. El ICP-OES 5800 VDV mostró una excelente estabilidad durante siete horas, con recuperaciones de mediciones de control de calidad entre $\pm 10\%$ y $\pm 2\%$ de RSD medios inferiores al 2% .

Referencias

1. Sistema de dilución avanzado Agilent (ADS 2) – Descripción técnica, publicación de Agilent, [5994-7211EN](#)
2. Método EPA 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, Revisión 5, Julio de 2018, consultado en enero de 2024, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry>
3. EPA Method 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, Revisión 1, Febrero de 2007, consultado en enero de 2024, <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/3051a.pdf>
4. Riles, P., Analysis of Waste Samples According to US EPA Method 6010D, Agilent publication, [5994-2027EN](#)

Nota: [Hay disponible](#) una guía de consumibles para el análisis de muestras de residuos con ICP-OES.

Números de referencia de Agilent

| Descripción | Número de referencia |
|---|----------------------|
| Antorcha semidesmontable de montaje rápido de 1,8 mm para sistemas ICP-OES serie 5000 VDV/SVDV | G8010-60236 |
| Cámara de nebulización de doble paso, diseño ciclónico de vidrio con junta de rótula y salida de drenaje UniFit, para el sistema ICP-OES Agilent serie 5000 | G8010-60256 |
| Nebulizador concéntrico de vidrio SeaSpray para el sistema de ICP-OES serie 5000 | G8010-60255 |
| Tubos para bomba peristáltica, blanco/blanco, 12/paq. | 3710034400 |
| Tubos para bomba peristáltica, negro/negro, 12/paq. | 3710027200 |
| Tubos para bomba peristáltica, azul/azul, 12/paq. | 3710034600 |

| | |
|--|-----------|
| Patrón multielemental de control de calidad Agilent 27 | 5190-9418 |
| Jeringa, 5 ml, diluyente ADS (para portador ICP-OES e ICP-MS) | 5299-0037 |
| Jeringa, 10 ml, diluyente ADS (para diluyente ICP-OES) | 5299-0038 |
| Loop de muestra ADS/AVS 1,50 ml 1,00 mm 1,00 mm de d. i. 1 paq. | 5005-0425 |
| Kit de botella diluyente/portador para ADS 2 y muestreador automático (6 L HDPE) | 5005-0435 |
| Patrón de aluminio (Al), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8353 |
| Patrón de antimonio (Sb), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 1 %, ácido tartárico al 1 %, 500 ml | 5190-8355 |
| Patrón de arsénico (As), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8357 |
| Patrón de bario (Ba), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8359 |
| Patrón de berilio (Be), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8361 |
| Patrón de boro (B), 10.000 µg/ml, en NHO ₄ OH al 1 %, 500 ml | 5190-8365 |
| Patrón de cadmio (Cd), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8367 |
| Patrón de calcio (Ca), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8369 |
| Patrón de cerio (Ce), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8371 |
| Patrón de cromo (Cr), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8375 |
| Patrón de cobalto (Co), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8377 |
| Patrón de Cobre (Cu), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8379 |
| Patrón de plomo (Pb), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8407 |
| Patrón de litio (Li), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8409 |
| Patrón de magnesio (Mg), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8413 |
| Patrón de manganeso (Mn), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8415 |
| Patrón de mercurio (Hg), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8417 |
| Patrón de níquel (Ni), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8423 |
| Patrón de fósforo (P), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8429 |
| Patrón de potasio (K), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8433 |
| Patrón de selenio (Se), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8449 |
| Patrón de plata (Ag), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8453 |
| Patrón de sodio (Na), para instrumentos ICP-OES y MP-AES, 10.000 µg/ml 500 ml | 5190-8206 |
| Patrón de estroncio (Sr), para instrumentos ICP-OES y MP-AES, 10.000 µg/ml 500 ml | 5190-8208 |
| Patrón de titanio (Ti), 10.000 µg/ml, en H ₂ O, 500 ml | 5190-8225 |
| Patrón de vanadio (V), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8229 |
| Patrón de zinc (Zn), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 500 ml | 5190-8235 |
| Patrón de hierro (Fe), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 100 ml | 5190-8402 |
| Patrón de molibdeno (Mo), 10.000 µg/ml, en NH ₄ OH al 1 %, 100 ml | 5190-8418 |
| Patrón de talio (Tl), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 100 ml | 5190-8217 |
| Patrón de estaño (Sn), 10.000 µg/ml, en HCl al 20 %, 100 ml | 5190-8221 |
| Patrón de circonio (Zr), 10.000 µg/ml, en HNO ₃ al 5 %, 100 ml | 5190-8236 |

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE36347297

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.