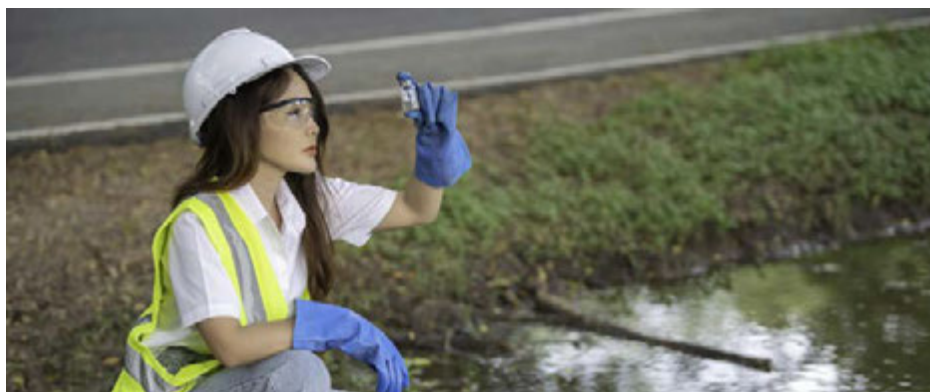


Análisis automatizado de muestras ambientales de matriz sencilla a compleja mediante un único método ICP-MS

Análisis multielemental eficiente de aguas, sedimentos y suelos mediante ICP-MS Agilent 7850 con Sistema de dilución avanzado



Autor

Rentaro Yamashita
Agilent Technologies, Inc.

Introducción

El Sistema de dilución avanzado Agilent 2 (ADS 2) es un nuevo sistema de autodilución de dos jeringas para instrumentos ICP-MS Agilent que puede diluir automáticamente patrones madre y muestras hasta 400 veces. Agilent ha desarrollado el ADS 2 para mejorar la eficiencia y el coste total por muestra de los análisis elementales mediante la automatización de la calibración, la dilución de muestras y el reanálisis de muestras fuera de intervalo.¹

Gracias a sus bajos límites de detección, amplio intervalo dinámico, alto rendimiento y capacidad multielemento, la ICP-MS se utiliza ampliamente en los laboratorios medioambientales para cuantificar múltiples elementos en muestras con matrices diversas. Las instalaciones de los análisis medioambientales inorgánicas desempeñan un papel crucial en la monitorización medioambiental, la realización de pruebas de conformidad con la normativa y el estudio del impacto de los contaminantes elementales en los ecosistemas. Los laboratorios contratados medianos y grandes pueden analizar muchos cientos de muestras al día, incluidas aguas potables y superficiales, suelos, sedimentos, efluentes, productos agrícolas y vertidos químicos. Para gestionar cargas de muestras tan grandes y variadas, los directores de laboratorio buscan constantemente nuevas formas de aumentar la eficacia y productividad de sus flujos de trabajo y reducir las exigencias al personal.

Muchos laboratorios suelen cribar muestras desconocidas antes del desarrollo del método o del análisis cuantitativo. Sin embargo, con el ADS 2 integrado, el ICP-MS Agilent puede manejar una mayor variedad de tipos de muestras sin necesidad de preselección mediante la combinación de dilución prescriptiva y reactiva, lo que mejora enormemente el rendimiento de las muestras.

El ICP-MS Agilent 7850 es ideal para la medición precisa de muestras medioambientales, incluidas muestras con alto contenido en sólidos disueltos totales (TDS).^{2,3} El ICP-MS 7850 incluye las siguientes características que benefician a los laboratorios de análisis de rutina:

- **Fuente de iones de plasma robusto:** el plasma optimizado (baja relación CeO^+/Ce^+) puede manejar fácilmente diversos tipos de muestras, garantizando datos precisos, buena estabilidad a largo plazo y menores requisitos de mantenimiento.
- **Rango dinámico lineal de diez órdenes:** el amplio intervalo analítico simplifica la configuración del método, ya que los analitos principales y a nivel de trazas pueden medirse en una sola ejecución, lo que significa menos repeticiones debidas a resultados fuera de rango.
- **Modo de colisión con helio (He) del Sistema de reacción octopolar (ORS⁴):** El modo de colisión con helio se utiliza para controlar las interferencias espectrales comunes mediante la discriminación de energía cinética (KED), lo que garantiza la precisión de los datos.
- **Tecnología de dilución en aerosol de introducción de muestras de ultralto contenido en matriz (UHMI):** La UHMI mejora aún más la ya excepcional robustez del plasma del ICP-MS 7850, permitiendo al instrumento manejar muestras con niveles porcentuales de TDS.
- **Agilent ICP-MS MassHunter:** el potente software incluye útiles preajustes de software, plantillas de métodos e informes incorporadas y funciones de fácil uso que simplifican todos los aspectos del flujo de trabajo analítico.

Para mejorar aún más la productividad del laboratorio mediante la automatización, un sistema totalmente integrado que comprende el ICP-MS 7850 y el ADS 2 permite realizar automáticamente las siguientes tres importantes funciones que ahorran tiempo:

- **Autocalibración:** todas las curvas de calibración pueden prepararse automáticamente a partir de una única solución madre, lo que reduce significativamente el tiempo necesario para preparar las soluciones estándar.
- **Dilución prescriptiva:** la dilución automática de las muestras antes de la medición reduce el tiempo necesario para preparar muestras con concentraciones de matriz compleja. La autodilución en línea no solo reduce el trabajo manual, sino que también evita el riesgo de introducir errores humanos y contaminación durante la preparación de muestras.
- **Dilución reactiva:** diluya automáticamente y vuelva a medir las muestras de inmediato cuando la concentración supere el intervalo de calibración o cuando los elementos del patrón interno (PI) presenten supresión o realce. Esta funcionalidad del ADS 2 evita el reprocesamiento de análisis y la dilución manual de muestras fuera de intervalo, mejorando aún más la productividad y liberando a los analistas para que se concentren en tareas más productivas.

Esta nota de aplicación utiliza el ICP-MS Agilent 7850 equipado con el ADS 2 y el muestreador automático Agilent SPS 4 para medir 26 elementos mayores, menores y oligoelementos en diversas muestras medioambientales utilizando un único método. Se evaluó la precisión de la dilución y la estabilidad a largo plazo del 7850 ICP-MS con el ADS 2 durante el análisis de agua potable, aguas residuales, sedimentos fluviales, suelos y agua de mar sintética.

Experimento

Instrumentación

El ICP-MS 7850 con un muestreador automático ADS 2 y SPS 4 integrado (Figura 1) se controló por completo mediante el software ICP-MS MassHunter versión 5.3. El ADS 2 es un sistema de dilución modular preconfigurado de dos jeringas que incluye un sistema avanzado de válvula para ICP-MS (AVS MS)*. El sistema es fácil de instalar, utilizar, mantener y solucionar, factores todos ellos que reducirán los costes operativos y mejorarán el rendimiento de las muestras al reducir el funcionamiento manual y la demanda de tiempo de los analistas.



Figura 1. ICP-MS Agilent 7850 equipado con el diluidor automático Agilent ADS 2 y el muestreador automático Agilent SPS 4.

El 7850 ICP-MS estaba equipado con el sistema estándar de introducción de muestras, que consiste en un nebulizador concéntrico de vidrio MicroMist, una cámara de nebulización de cuarzo con temperatura controlada y una antorcha de montaje rápido de cuarzo con inyector de 2,5 mm de diámetro interior. Se utilizó un cono de muestreo de cobre niquelado con un cono skimmer de níquel.

Como se muestra en la Tabla 1, el ORSI⁴ funcionó en tres modos de gas: sin gas (para Be), He (para 24 elementos) y He mejorado de alta energía (modo HEHe para Se). Se seleccionó UHMI-4 como ajuste del plasma, ya que se desconocía el contenido de TDS de algunas de las muestras. La Tabla 1 muestra los parámetros del plasma y del instrumento; las filas sombreadas muestran los ajustes UHMI definidos automáticamente. Los voltajes de las lentes iónicas se optimizaron automáticamente para maximizar la sensibilidad.

Tabla 1. Parámetros de operación del ICP-MS 7850 Agilent.

Parámetro	Sin gas	He	HEHe
Modo Plasma	UHMI-4		
Potencia de RF (W)	1.600		
Profundidad de la muestra (mm)	10		
Gas del nebulizador (l/min)	0,83		
Gas de dilución (l/min)	0,15		
Ajuste de la lente	Ajuste		
Flujo de gas de celda (ml/min)	0	5	10
Discriminación energética (V)	5	5	7

Los parámetros sombreados se definen automáticamente mediante UHMI. Ajustes mejorados del modo HEHe utilizados para el selenio (Se).

El ADS 2 puede autodiluir soluciones hasta un factor de 400, lo que lo hace muy adecuado para la preparación de calibraciones multinivel y la autodilución de muestras de matriz compleja (dilución prescriptiva). Además de la dilución prescriptiva, el ADS 2 puede utilizarse para diluir y volver a medir automáticamente las muestras (dilución reactiva) si la concentración de algunos elementos supera una concentración definida por el usuario, como la concentración máxima de calibración.

Como se muestra en la Figura 2, la función de dilución reactiva puede configurarse en la pestaña del software de control de calidad para "Out of Calibration Curve Concentration Range" (Fuera del intervalo de concentración de la curva de calibración) seleccionando "Dilute and Re-Run" (Diluir y volver a ejecutar). La opción de diluir y volver a ejecutar también se pueden aplicar a la señal de recuperación del PI.

Outlier	Minimum Value	Maximum Value	Method	
			Reference	Error Action
Calibration Curve Fit R	0.995			Ignore and Continue
Relative Standard Error %		90		Abort
Relative Error %		90		Abort
ISTD Recovery % [compared with CalBlk]	75	125		Dilute and Re-Run
Spike Recovery % [compared with SpikeRef]			Spike Ref	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC1' Sample]	90	110	QC1	Recalibrate and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC2' Sample]	85	115	QC2	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC3' Sample]			QC3	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC4' Sample]			QC4	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC5' Sample]			QC5	Ignore and Continue
Count RSD %		5	>= 10000 cps	Ignore and Continue
Blank Conc Level % [use 'BlkVrfy' Sample]		100	BlkVrfy	Run Blank and Continue
▶ Out of Calibration Curve Concentration Range %		125		Dilute and Re-Run

Figura 2. Pestaña QC en el software Agilent ICP-MS MassHunter versión 5.3 que muestra la acción en caso de resultados atípicos para la Recuperación del PI y/o Fuera del % del intervalo de concentración de la curva de calibración.

Los detalles de la configuración de hardware para el ADS 2 y el SPS 4 se enumeran en la Tabla 2 y los parámetros de introducción de muestras del ADS 2 se muestran en la Tabla 3.

Tabla 2. Configuración del muestreador automático Agilent ADS 2 y Agilent SPS 4.

Parámetro	Detalles
Loop de muestra	1,5 ml
Jeringa portadora	5 ml, vidrio
Jeringa de diluyente	10 ml, cuarzo
Tiempo por análisis	150 s (sin dilución), 175 a 190 s (con dilución)
Sonda	1,0 mm de diámetro interior, 100 cm de longitud (tubo)
Tubos para bomba peristáltica	Lado de suministro: gris/gris. Lado del drenaje: morado/blanco.

Tabla 3. Parámetros de introducción de muestras Agilent ADS 2.

Fase	Tiempo (s)	Velocidad de la bomba (%)	Vial	Válvula
Carga de la muestra	10	50	Muestra	Carga
Estabilización	8	5	Puerto de enjuague	Inyección
Enjuague de la sonda (Muestra/Patrón)	15	5	Puerto de enjuague	Inyección
Enjuague de sonda 1	5	50	Puerto de enjuague	Inyección
Enjuague de sonda 2	20	0	Puerto de enjuague	Inyección
Enjuague 3	1	0	Inicio	Inyección
Lavado de sonda de loop opcional	10	50	Puerto de enjuague	Carga
Lavado de loop opcional	1	5	Puerto de enjuague	Inyección
Lavado de sonda de loop opcional (dilución)	10	50	Puerto de enjuague	Carga

Enjuague de la sonda 1: cualquier contaminación de la solución de enjuague durante el "Enjuague de la sonda (Muestra/Patrón)" se elimina aumentando la velocidad de la bomba durante un breve espacio de tiempo. Enjuague de la sonda 2: se da tiempo a que la solución de enjuague fresca se acumule en el puerto de enjuague, lista para el proceso opcional de lavado del loop. La sonda de enjuague 3 ahorra consumo de la solución de enjuague colocando la sonda en la posición de inicio.

Muestras y soluciones

Todas las soluciones (portador, diluyente, enjuague, patrón interno y patrones de calibración) se prepararon utilizando ácido nítrico (HNO₃) al 1 % y ácido clorhídrico (HCl) al 0,5 %. Se incluyó HCl para garantizar la estabilidad de elementos como Ag, Sb y Hg en solución.

Los patrones de calibración, las adiciones y los estándares de control de calidad (CC) se prepararon a partir del estándar de calibración ambiental de Agilent (número de referencia 5183-4688). También se utilizaron patrones monoelementales para Al, Mn, Zn, Hg y Pb (Kanto Chemicals, Japón)*. Las curvas de calibración se realizaron a partir de un único patrón madre mezclado, que se diluyó automáticamente a 400x, 200x, 100x, 50x, 20x, 10x, 5x, 2x y 1x (sin diluir) utilizando el ADS 2. El intervalo de calibración de cada elemento se indica en la Tabla 4.

Tabla 4. Intervalo de concentración de las curvas de calibración.

Elementos	Intervalo de calibración (µg/l)
Na, Mg, Al, K, Ca y Fe	Entre 25 y 10.000
Mn, Zn y Pb	de 2,5 a 1.000
Hg	Entre 0,005 y 2
Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Th y U	Entre 0,25 y 100

En la Tabla 5 se detallan los materiales de referencia certificados (CRM) de agua potable, aguas residuales, sedimentos fluviales y suelos, así como el agua de mar sintética.

Tabla 5. Lista de muestras medioambientales analizadas en este estudio.

Nombre	Tipo	Proveedor
NIST 1643f Oligoelementos en el agua (1643f)	Agua potable	NIST, Gaithersburg MD
Aguas residuales certificadas - Traza de metales Solución H (CWW-TM-H)	Aguas residuales	Patrones de alta pureza, Charleston SC, EE. UU.
Solución de sedimentos fluviales B (RS-B)	Sedimentos fluviales	Patrones de alta pureza, Charleston SC, EE. UU.
Solución de suelo B (Suelo-B)	Suelo	Patrones de alta pureza, Charleston SC, EE. UU.
Marine Art SF-1	Agua de mar sintética	Osakayakken, Japón

Los patrones de verificación de calibración inicial (ICV) y de verificación de calibración continua (CCV), y las soluciones de blanco de calibración inicial (ICB) y de blanco de calibración continua (CCB) se utilizaron para los controles de calidad durante la ejecución. Los patrones ICV y CCV se prepararon utilizando el ADS 2 diluyendo el patrón madre de calibración por un factor de dos.

La solución PI se preparó a partir de la Mezcla de patrón interno Agilent (número de referencia 5183-4681). Se utilizaron patrones monoelementales* para el Ge (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, EE. UU.) y el Ir (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, EE. UU.). La solución PI compuesta por ⁶Li, Sc, Ge, Y, In, Tb e Ir a 1 ppm se añadió automáticamente en línea. Se utilizó un tubo de diámetro estrecho para minimizar la dilución de la muestra, lo que dio como resultado una dilución aproximada de 15x de la solución madre de PI.

Flujo de trabajo analítico

Las pruebas de precisión de la dilución y de estabilidad a largo plazo se realizaron por separado, como se indica en el flujo de trabajo analítico de la Figura 3.

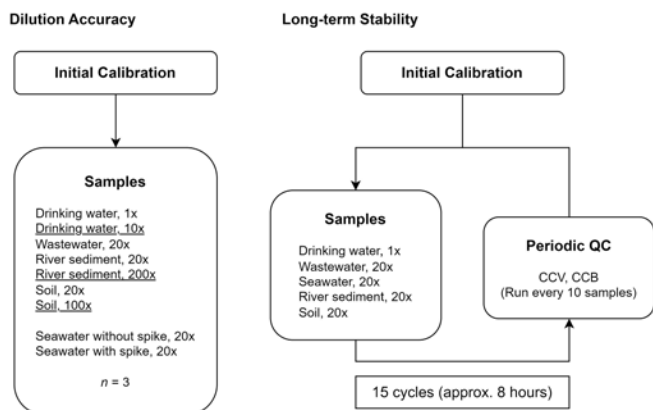


Figura 3. Secuencia analítica que muestra los factores de dilución de la muestra. Para la prueba de precisión de la dilución, las muestras subrayadas también se midieron mediante el ICP-MS Agilent 7850 tras la dilución reactiva automática mediante el ADS 2 Agilent.

Para evaluar la precisión de la dilución, la muestra CRM de agua potable se midió sin dilución y las muestras CRM de la matriz mayor se midieron siguiendo una autodilución prescriptiva 20x. Los resultados medidos se compararon con los valores certificados. Si la concentración de un solo elemento superaba el intervalo de calibración, el ADS 2 volvía a analizar automáticamente la muestra tras una autodilución reactiva. Para evaluar mejor la precisión de la dilución, se adicionó una muestra sintética de agua de mar y se evaluaron las recuperaciones de la adición de patrón.

En la prueba de estabilidad a largo plazo, se utilizaron los mismos factores de dilución y las mismas muestras, aunque no se realizó ninguna dilución reactiva ni adiciones a la muestra de agua de mar sintética. Las soluciones CCV y CCB se midieron cada 10 muestras a lo largo de ocho horas.

Resultados y comentarios

Límites de detección del instrumento y autocalibración

Los límites de detección del instrumento (IDL) para 26 elementos se calcularon a partir de tres veces la desviación estándar de las mediciones de siete alícuotas replicadas del blanco de calibración (Tabla 6).

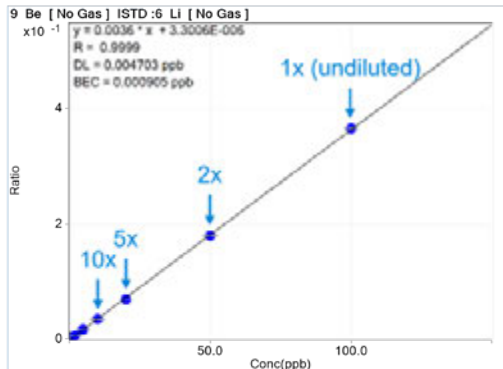
Todas las curvas de autocalibración mostraron una excelente linealidad en el amplio intervalo analítico desde la dilución sin diluir (1x) hasta la dilución 400x. Los coeficientes de calibración de todas las curvas fueron superiores a 0,9995. Las curvas de calibración representativas para elementos de todo el intervalo de masas (Be, V, Cd y Tl) se muestran en la Figure 4, izquierda y derecha, respectivamente. La excelente linealidad de los patrones de calibración de nivel inferior demuestra que el ADS 2 es capaz de diluir con precisión patrones de hasta 400x.

Tabla 6. Analito, modo de gas de celda, patrón interno e IDL.

Analito	Mode	Patrón interno	IDL (µg/l)
9 Be	Sin gas	6 Li	0,001
23 Na	He	45 Sc	1,8
24 Mg	He	45 Sc	0,041
27 Al	He	45 Sc	0,055
39 K	He	45 Sc	3,0
44 Ca	He	45 Sc	4,9
51 V	He	72 Ge	0,001
52 Cr	He	72 Ge	0,008
55 Mn	He	72 Ge	0,019
56 Fe	He	72 Ge	0,050
59 Co	He	72 Ge	0,002
60 Ni	He	72 Ge	0,009
63 Cu	He	72 Ge	0,012
66 Zn	He	72 Ge	0,016
75 As	He	72 Ge	0,020
78 Se	HEHe	72 Ge	0,040
95 Mo	He	115 In	0,001
107 Ag	He	115 In	0,001
111 Cd	He	115 In	0,001
121 Sb	He	115 In	0,002
137 Ba	He	115 In	0,019
201 Hg	He	193 Ir	0,003
205 Tl	He	193 Ir	0,0003
Pb*	He	193 Ir	0,0010
232 Th	He	193 Ir	0,0001
238 U	He	193 Ir	0,0001

*Los datos de Pb se basan en la suma de los isótopos 206, 207 y 208.

Full Scale Deflection



Zoomed Scale

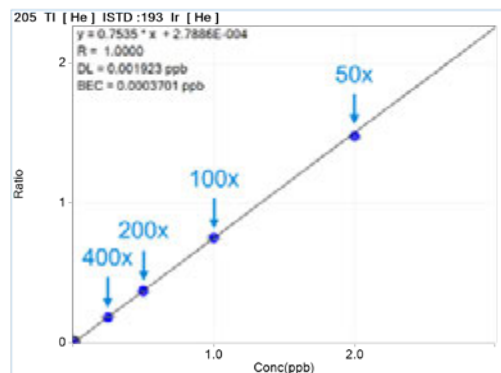
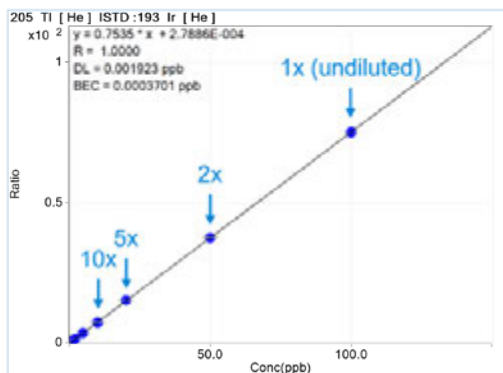
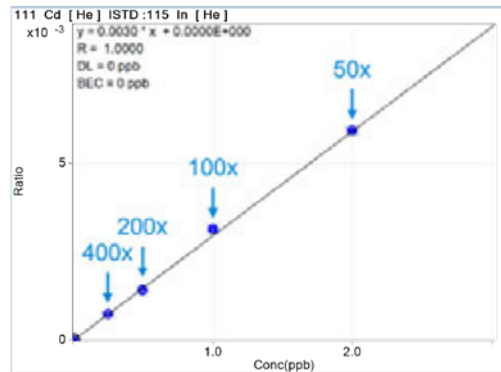
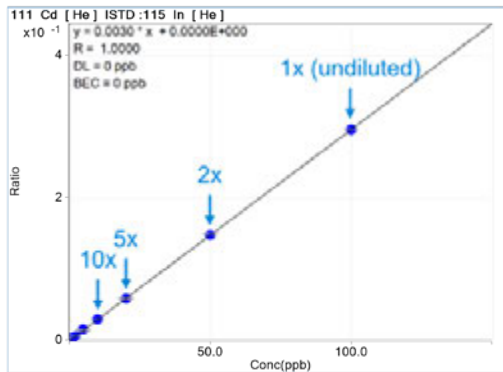
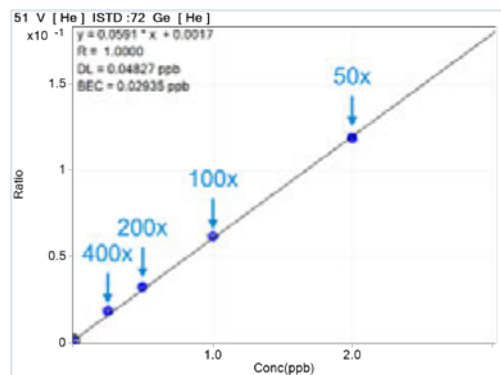
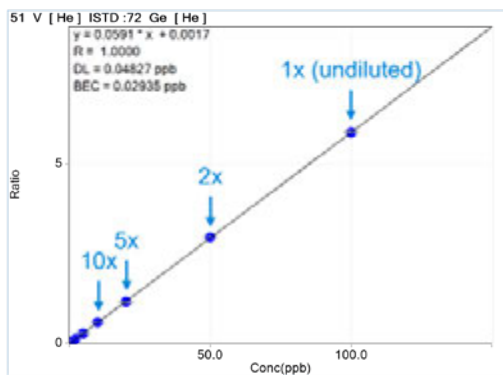
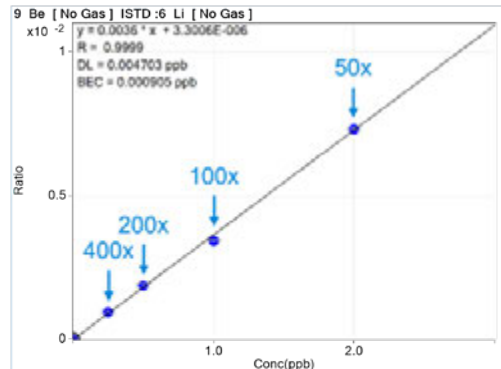


Figura 4. Curvas de calibración para Be, V, Cd y Tl. Izquierda: se muestra todo el intervalo de calibración preparado utilizando el Agilent ADS 2 a una dilución de 400x a sin diluir. Derecha: muestra únicamente los patrones de baja concentración, que se autodiluyeron con el ADS 2 de 50x a 400x.

Análisis preciso de MRC con dilución reactiva

Los CRM de agua potable, aguas residuales, sedimentos fluviales y suelo se analizaron cada uno tres veces durante la secuencia, y se calcularon la concentración media y las recuperaciones para cada analito (Table 7). Los elementos no certificados se etiquetan con "NA" y no se indican las recuperaciones. La concentración de algunos elementos (Na, Ca, Mo y Ba en el agua potable; Al, Ca, Cr, Fe y Ba en los sedimentos fluviales; y Al, K, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Ba y Pb en el suelo) se midió inicialmente por encima del intervalo de calibración. Por lo tanto, para estos elementos en estas matrices, los datos mostrados en las celdas sombreadas se adquirieron tras la dilución reactiva por el ADS 2.

Como se muestra en la Table 7, todos los elementos certificados dieron recuperaciones dentro del $100 \pm 10\%$, y la mayoría de los elementos mostraron recuperaciones superiores al $100 \pm 5\%$. Los resultados demuestran que el 7850 ICP-MS y el ADS 2 pueden cuantificar varios tipos de muestras medioambientales utilizando un único método, que incluía autodilución reactiva cuando era necesario.

Tabla 7. Concentraciones medidas y recuperaciones de elementos certificados en CRM, (n = 3). Las unidades de concentración son µg/l. Los datos mostrados en las celdas sombreadas fueron adquiridos por el ICP-MS Agilent 7850 tras la dilución reactiva automática por el ADS 2 de Agilent.

Elemento	Agua potable (1643f)				Agua residual (CWW-TM-H)			
	Factor de dilución	Valor certificado	Conc. media	Recuperación (%)	Factor de dilución	Valor certificado	Conc. media	Recuperación (%)
9 Be	1	13,53	13,9	102	20	20	19,2	96
23 Na	10	18.640	19.500	105	20	NA	608	-
24 Mg	1	7.380	7.410	100	20	NA	< LD	
27 Al	1	132,5	137	104	20	100	104	104
39 K	1	1.913,3	1.980	103	20	NA	268	-
44 Ca	10	29.140	30.600	105	20	NA	253	-
51 V	1	35,71	35,9	100	20	500	508	102
52 Cr	1	18,32	18,4	100	20	500	522	104
55 Mn	1	36,77	37,3	102	20	100	98,8	99
56 Fe	1	92,51	96,7	105	20	250	266	107
59 Co	1	25,05	25,0	100	20	500	529	107
60 Ni	1	59,2	58,4	99	20	500	534	107
63 Cu	1	21,44	20,7	96	20	500	536	107
66 Zn	1	73,7	75,0	102	20	500	522	104
75 As	1	56,85	57,1	100	20	100	105	105
78 Se	1	11,583	11,7	101	20	50	49,6	99
95 Mo	10	114,2	116	102	20	100	104	104
107 Ag	1	0,9606	0,929	97	20	20	20,9	104
111 Cd	1	5,83	5,80	100	20	100	102	102
121 Sb	1	54,9	54,8	100	20	200	201	100
137 Ba	10	513,1	512	100	20	100	100	100
201 Hg	1	NA	0,021	-	20	NA	0,175	-
205 Tl	1	6,823	6,95	102	20	250	238	95
Pb*	1	18,303	18,7	102	20	500	485	97
232 Th	1	NA	0,007	-	20	NA	0,048	-
238 U	1	NA	0,006	-	20	NA	< LD	-

*Los datos de Pb se basan en la suma de los isótopos 206, 207 y 208.

Tabla 7, continuación. Concentraciones medidas y recuperaciones de elementos certificados en CRM, (n = 3). Las unidades de concentración son µg/l. Los datos mostrados en las celdas sombreadas fueron adquiridos por el ICP-MS Agilent 7850 tras la dilución reactiva automática por el ADS 2 de Agilent.

Elemento	Sedimentos fluviales (RS-B)				Suelo (Suelo-B)			
	Factor de dilución	Valor certificado	Conc. media	Recuperación (%)	Factor de dilución	Valor certificado	Conc. media	Recuperación (%)
9 Be	20	NA	0,025	-	20	NA	< LD	-
23 Na	20	50.000	50.300	101	20	100.000	100.000	100
24 Mg	20	120.000	119.000	99	20	80.000	79.400	99
27 Al	200	600.000	589.000	98	100	700.000	680.000	97
39 K	20	200.000	197.000	98	100	210.000	204.000	97
44 Ca	200	300.000	303.000	101	20	125.000	121.000	97
51 V	20	1.000	959	96	20	800	772	97
52 Cr	200	150.00	14.800	98	20	400	389	97
55 Mn	20	6.000	5.800	97	100	100.000	97.600	98
56 Fe	200	400.000	409.000	102	100	350.000	351.000	100
59 Co	20	150	151	100	20	100	104	104
60 Ni	20	500	478	96	20	200	205	102
63 Cu	20	1.000	944	94	100	3.000	3.000	100
66 Zn	20	5.000	4.720	94	100	70.000	69.500	99
75 As	20	200	191	96	100	6.000	5.810	97
78 Se	20	10	10,7	107	20	NA	1,61	-
95 Mo	20	NA	0,83	-	20	NA	1,03	-
107 Ag	20	NA	0,19	-	20	NA	0	-
111 Cd	20	30	28,7	96	20	200	196	98
121 Sb	20	40	40,1	100	20	400	387	97
137 Ba	200	4.000	3.790	95	100	7.000	6.710	96
201 Hg	20	NA	0	-	20	NA	< LD	-
205 Tl	20	10	9,34	93	20	NA	0	-
Pb*	20	2.000	1.890	94	100	60.000	57.500	96
232 Th	20	100	95,1	95	20	100	95,6	96
238 U	20	30	28,9	96	20	250	239	95

*Los datos de Pb se basan en la suma de los isótopos 206, 207 y 208.

Recuperaciones de la adición en muestras de agua de mar

En la Tabla 8 se muestran los resultados de matrices adicionadas para los oligoelementos en la muestra de agua de mar sintética. La concentración de la adición fue de 1/10 de la solución patrón de calibración (Tabla 4) para la mayoría de los elementos excepto Ba (20 µg/l) y Hg (1 µg/l). La concentración de elementos principales (Na, Mg, K y Ca) en la muestra original de agua de mar era demasiado alta en comparación con el nivel de pico, por lo que no se informa de las recuperaciones de esos elementos.

Las recuperaciones de todos los oligoelementos en la muestra de agua de mar se situaron dentro del 100 ± 10 % del nivel de adición, lo que demuestra la precisión del método cuantitativo 7850 ICP-MS.

Tabla 8. Recuperaciones de la adición de oligoelementos en agua de mar sintética, (n = 3).

Elemento	Factor de dilución	Conc. adición (µg/l)	Recuperación (%)
9 Be	20	10	94
27 Al	20	1.000	95
51 V	20	10	97
52 Cr	20	10	102
55 Mn	20	100	97
56 Fe	20	1.000	97
59 Co	20	10	96
60 Ni	20	10	94
63 Cu	20	10	95
66 Zn	20	100	93
75 As	20	10	93
78 Se	20	10	101
95 Mo	20	10	95
107 Ag	20	10	93
111 Cd	20	10	98
121 Sb	20	10	91
137 Ba	20	20	93
201 Hg	20	1	99
205 Tl	20	10	92
Pb*	20	100	96
232 Th	20	10	96
238 U	20	10	97

*Los datos de Pb se basan en la suma de los isótopos 206, 207 y 208.

Estabilidad a largo plazo (recuperaciones CCV y PI)

Las recuperaciones de todos los analitos en las soluciones ICV y CCV se midieron automáticamente cada 10 muestras durante la secuencia analítica. La CCV se midió 15 veces a lo largo de casi ocho horas. Como se muestra en la Figura 5, todas las recuperaciones de CCV estaban dentro del $100 \pm 10\%$ de la concentración esperada.

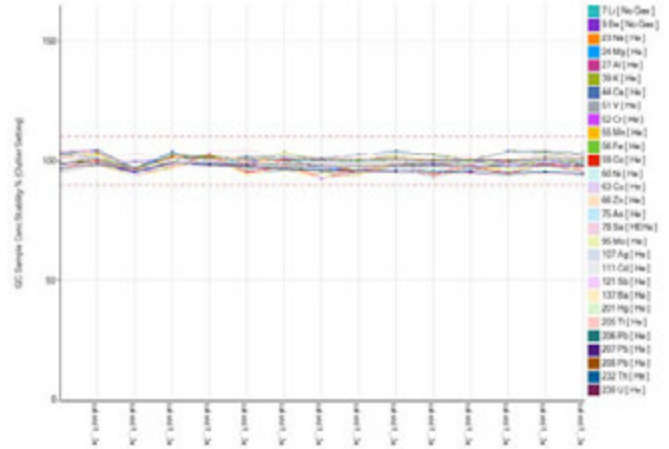


Figura 5. Recuperaciones de CCV durante la secuencia de 8 horas. El patrón de calibración diluida 2x se utilizó como CCV. Las líneas de puntos rojas muestran los límites de control de $\pm 10\%$.

Las recuperaciones de ISTD también se midieron en todas las muestras y patrones durante nueve horas sin necesidad de resintonización o recalibración. Como se muestra en la Figura 6, todas las recuperaciones de PI se mantuvieron dentro de un margen de $\pm 25\%$ a lo largo de toda la serie, lo que demuestra la solidez y estabilidad del método.

Los excelentes resultados de estabilidad demuestran la idoneidad del 7850 ICP-MS con el ADS 2 para el análisis de rutina de múltiples elementos en muestras medioambientales, incluidas las de matriz compleja, sin pérdida alguna de sensibilidad.

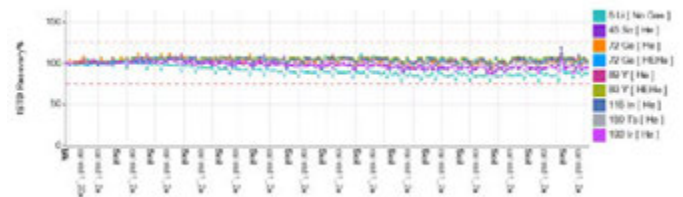


Figura 6. Estabilidad PI de 140 muestras. Las recuperaciones de PI se normalizaron con respecto al blanco de calibración para todas las muestras. Las líneas de puntos rojas muestran los límites de control de $\pm 25\%$.

Conclusión

El ICP-MS Agilent 7850 equipado con el Sistema de dilución avanzado Agilent (ADS 2) simplificó el análisis de aguas, sedimentos y suelos automatizando las tareas manuales que consumían mucho tiempo. El sistema de dilución automatizado totalmente integrado se utilizó para analizar una larga secuencia de muestras, incluidas muestras de matriz compleja, utilizando un único método.

La tecnología de dilución de aerosoles UHMI del ICP-MS 7850 proporcionó las condiciones de plasma robusto necesarias para minimizar los efectos de la matriz y la deriva durante el análisis de estas muestras de matriz compleja. El modo de celda de colisión con helio resultó eficaz para eliminar todas las interferencias poliatómicas comunes derivadas de la matriz, proporcionando resultados precisos en todo el intervalo de matrices de muestras complejas. El ADS 2 mejoró la eficiencia del flujo de trabajo ICP-MS al proporcionar:

- Dilución automatizada de patrones madre de calibración y muestras.
- Autocalibración del instrumento utilizando un único patrón madre, aunque se pueden utilizar dos o más patrones madre si se necesita un rango de calibración aún más amplio.
- Dilución automática y preceptiva de las muestras. En general, las muestras con concentraciones de matriz compleja suelen diluirse antes de la medición. Con esta función se pueden omitir el funcionamiento manual de dilución.
- Dilución reactiva de las muestras cuando los elementos superan el intervalo de calibración, lo que alivia la necesidad de reprocesar el análisis y la medición de lotes de muestras.

El 7850 ICP-MS con ADS 2 acorta el tiempo de procesamiento de la muestra y reduce el coste total por muestra, al tiempo que mejora la calidad de los resultados cuantitativos al eliminar las tareas manuales que tanto tiempo consumen.

Referencias

1. Sistema de dilución avanzado Agilent (ADS 2) – Descripción técnica, publicación de Agilent, [5994-7211EN](#)
2. Yamanaka, K., Wilbur, S., Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, publicación de Agilent, [5991-5208EN](#)
3. Kubota, T., Routine Analysis of Soils using ICP-MS and Discrete Sampling, publicación de Agilent, [5994-2933EN](#)

www.agilent.com/chem/7850icp-ms

DE57832086

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Impreso en EE. UU, 19 de marzo de 2024
5994-7114ES

Información relacionada

Zou, A., Yamanaka, M., Intelligent Analysis of Wastewaters using an Agilent ICP-MS with Integrated Autodilutor, publicación de Agilent, [5994-7113EN](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, publicación de Agilent, [5994-7232EN](#)

Lista de consumibles

Tipo de producto	Número de referencia de Agilent	Descripción
Loop de muestra para AVS MS/ADS 2	5005-0425	1,50 ml 1,00 mm de d. i. 1 paq.
Kits de botellas	5005-0435	Kit de botella diluyente/ portador de 6 l, incluye una lata de 6 l, tapón StaySafe GL45, conectores y válvula de venteo
	5005-0436	Kit de botella de diluyente de PFA de 2 l para ICP-MS, incluye botella de PFA de 2 l, tapón StaySafe GL45, conectores y válvula de ventilación
	5005-0437	Kit de contenedor de residuos, incluye un depósito de residuos de 10 l, tapón StaySafe S60, conectores y filtro de vapor ácido
Kits de tubos de AVS	G8411-68202	Kit preconfigurado AVS MS
Kits de tubos ADS 2	5005-0106	Kit de tubos ADS 2, montaje de la válvula C, 2/paq.
	5005-0107	Kit de tubos ADS 2, Válvula C - Bomba AVS MS, 1/paq.
	5005-0182	Kit de tubos ADS 2, Válvula C - Válvula AVS MS, 1/paq.
	5005-0102	Kit de tubos ADS 2, Montaje de la válvula B, 4/paq.
	5005-0103	Kit de tubos ADS 2, Válvula A - Válvula C, 1/paq.
	5005-0105	Kit de tubos ADS 2, Portador/ Diluyente, 2/paq.
	G8457-68004	Kit de tubos ADS 2, Válvula A - Válvula AVS MS, 1/paq.

