



¿Cómo elegir la técnica de espectroscopia atómica adecuada?

Para satisfacer las necesidades de su laboratorio tanto actuales como futuras



Contenido

¿Cómo funciona la espectroscopia atómica?	3
Espectroscopia atómica	3
Espectroscopia de absorción atómica (AA)	3
Espectroscopia de emisión atómica	4
Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas (MP-AES)	4
Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)	4
Espectrometría de masas atómica	5
Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)	5
Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente de triple cuadrupolo (ICP-QQQ)	7
¿Cómo seleccionar la técnica adecuada?	8
Comparación	8
¿Qué elementos tiene que medir?	10
¿Cuántos elementos y muestras tiene que medir?	12
Rango lineal	13
Límites de detección	13
Interferencias	14
Costes	17
Tarea de mantenimiento rutinaria	17
Facilidad de uso y destreza requerida por los analistas	18
Métodos: regulados y disponibilidad de los predesarrollados	18
Preparación de muestras	19
Muestras líquidas	19
Muestras sólidas	19
Digestión, dilución y filtración	20
Preparación de muestras orgánicas	20
Componentes de los instrumentos específicos del disolvente	21
Calibración	22
Aplicaciones	24
¿Qué técnicas se usan habitualmente para las distintas aplicaciones?	24
Recomendaciones para supuestos de medida habituales	26
Otros componentes que podría necesitar	37
Instrumentos de espectroscopia atómica de Agilent	39
El valor del conocimiento	39

¿Cómo funciona la espectroscopia atómica?

Espectroscopia atómica

La espectroscopia atómica describe distintas técnicas analíticas utilizadas para determinar la composición elemental de una muestra examinando su espectro electromagnético o su espectro de masas.

Las técnicas de espectrometría atómica se pueden dividir en dos amplias categorías; las que identifican un elemento analito por su espectro electromagnético y las que lo hacen por su espectro de masas. En el laboratorio medioambiental, las técnicas más frecuentes de espectrometría electromagnética son la absorción atómica y la emisión atómica. Las técnicas basadas en rayos X, como la fluorescencia por rayos X (XRF) y la difracción de rayos X (XRD) son en la práctica también técnicas de espectrometría electromagnética.

Espectroscopia de absorción atómica (AA)

Las técnicas de absorción atómica se basan en el hecho de que cada elemento absorbe la luz de una longitud de onda característica, según pasa un electrón desde el estado base hasta un estado excitado. La cantidad de energía lumínica absorbida es proporcional al número de átomos del analito en el paso óptico.

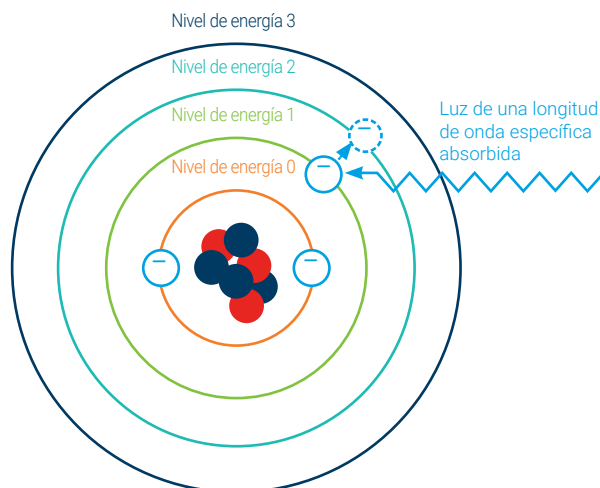


Figura 1. Un electrón se excita desde el estado base a un nivel de energía superior absorbiendo energía (luz) con una longitud de onda específica. En la espectroscopia de absorción atómica, la longitud de onda de la luz absorbida viene determinada por el tipo de átomo (el elemento del que se trate) y por los niveles de energía a los que pasan los electrones. La cantidad de luz que se absorbe viene determinada por la concentración del elemento en la muestra.

La técnica se calibra introduciendo concentraciones conocidas de los átomos del analito en el paso óptico y representando la absorción frente a la curva de concentración. La fuente de luz característica de cada elemento del analito usada es la lámpara de cátodo hueco (HCL) o la lámpara de descarga sin electrodos (EDL). Generalmente, cada lámpara se utiliza exclusivamente para el análisis de un único elemento, aunque en ocasiones se pueden combinar varios elementos en una sola lámpara. Sin embargo, debido a esta limitación, la absorción atómica se utiliza para un número reducido de elementos analitos en cada muestra, aunque se pueden medir 67 elementos (no al mismo tiempo).

Para que funcione la absorción atómica, los elementos analitos deben estar atomizados (pasados al estado atómico) empleando una temperatura elevada. Los elementos se atomizan introduciendo una muestra líquida mediante un nebulizador en una llama de acetileno de temperatura alta en la espectroscopia de absorción atómica de llama (FAAS). Los elementos también se pueden atomizar mediante calentamiento resistivo de una muestra seca en un cilindro de grafito de diámetro pequeño: la espectroscopia de absorción atómica por horno de grafito (GFAAS) (Figura 2).

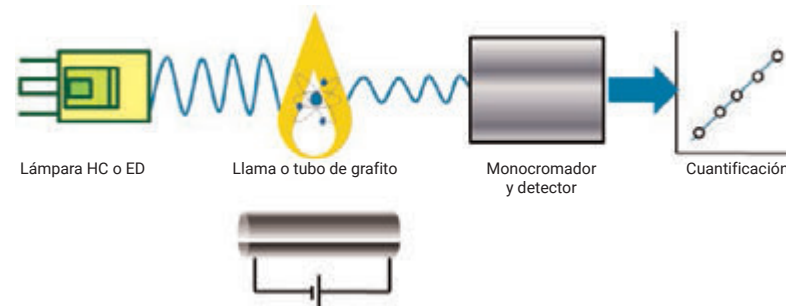


Figura 2. Diagrama esquemático de un sistema de espectrómetro de absorción atómica de llama de o por horno de grafito

La FAAS es sencilla y económica, pero presenta la limitación de que una densidad de átomos transitorios y relativamente difusos en la llama origina una sensibilidad deficiente en comparación con otras técnicas. Los límites de detección típicos se encuentran en el rango de las ppb elevadas hasta las ppm. La GFAAS presenta la ventaja de un control programable de la temperatura. Gracias a este control, el disolvente y la matriz (los componentes de la muestra distintos de los elementos que se desean medir) se pueden separar del analito en función del punto de ebullición. Además, una vez atomizado el analito en la GFAAS, se conserva dentro del volumen reducido del tubo de grafito para lograr una medida prolongada. Como resultado, los límites de detección con GFAAS son mucho más bajos que con FAAS, normalmente en el rango inferior a las ppb. Sin embargo, la GFAAS puede medir menos analitos que la FAAS y es una técnica mucho más lenta.

Espectroscopia de emisión atómica

Dado que cada elemento requiere una fuente de luz de HCL exclusiva, la AAS es limitada en cuanto al número de elementos que se puede medir en una sola muestra. La FAAS también tiene una sensibilidad relativamente baja y la GFAAS es lenta. Las técnicas de emisión atómica superan estas limitaciones y, por tanto, se utilizan mucho. Las técnicas de emisión atómica se sirven del fenómeno siguiente: una vez que se excita un átomo de un elemento específico (al igual que en la absorción atómica), este emite luz con un patrón característico de longitudes de onda (un espectro de emisión) a medida que vuelve al estado base (véase la Figura 3).

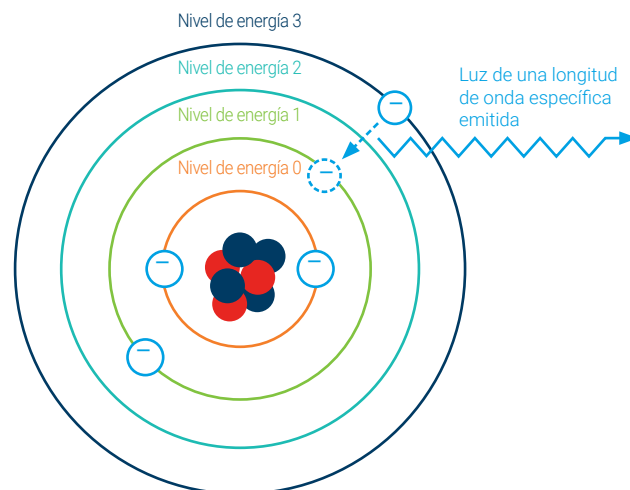


Figura 3. Cuando un electrón vuelve desde un nivel de energía superior a su estado base, emite luz con longitudes de onda específicas. El tipo de átomo o ion (es decir, el elemento) y los niveles de energía entre los que se mueve el electrón determinan la longitud de onda de la luz emitida.

Aunque es posible realizar una espectroscopia de emisión atómica utilizando un instrumento de tipo de llama similar a un instrumento de FAAS, la llama no es una fuente de excitación ideal para la emisión atómica. Las temperaturas típicas para las llamas de acetileno utilizadas en AA son de unos 2.000 K para aire y acetileno y 3.000 K para óxido nítrico y acetileno. Otras fuentes alternativas para la emisión atómica son el plasma de microondas (MP) y el plasma de argón acoplado inductivamente (ICP). Ambas fuentes presentan una temperatura significativamente más elevada que la llama. Las temperaturas altas proporcionan una cobertura elemental más amplia y una mayor sensibilidad que la FAAS.

Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas (MP-AES)

El MP de nitrógeno presenta una temperatura considerablemente superior a la llama de acetileno y alcanza temperaturas próximas a los 5.000 K. A estas temperaturas, la emisión atómica es intensa para la mayoría de los elementos, lo que supone una capacidad de detección y un rango dinámico lineal mejorados con respecto a la AA de llama para la mayoría de los elementos. Dado que el MP funciona con nitrógeno, los costes operativos se pueden reducir significativamente respecto de la AA de llama. El uso de un generador de nitrógeno como fuente de nitrógeno para el plasma ofrece más ahorros de costes. La seguridad mejora con respecto a la AA de llama, pues se emplea nitrógeno (inerte) en lugar de acetileno (un gas inflamable). El uso de nitrógeno inerte también permite el análisis de muestras de noche y sin supervisión, lo que no se recomienda para la FAAS.

Utilizando un monocromador de escaneo y un detector de estado sólido, la MP-AES elimina la necesidad de tener lámparas individuales. La técnica también ofrece mejores tiempos de análisis de muestras en comparación con la FAAS, en particular dado que el número de elementos (analitos) aumenta a más de unos pocos elementos. La MP-AES puede analizar muestras con hasta aproximadamente un 3 % de sólidos disueltos totales (TDS), utilizando la configuración de introducción de muestras adecuada.

Dado que la MP-AES es una técnica relativamente nueva, es posible que no se acepte para algunos métodos regulados en los que los laboratorios deben usar la técnica especificada para el análisis. Si se puede demostrar que una técnica nueva como la MP-AES es equivalente a la técnica establecida, otros sectores y organismos regulatorios aceptarán esta validación basada en el rendimiento.

Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

El ICP de argón tiene una temperatura superior a la del MP de nitrógeno y muy superior a la llama de acetileno. El ICP puede alcanzar temperaturas próximas a los 10.000 K, lo que permite una atomización completa y una ionización significativa de la muestra. Se reducen las interferencias moleculares y se maximizan las emisiones disponibles de átomos e iones para la detección. De forma similar a la MP-AES, la ICP-OES utiliza un gas inerte (argón) en lugar de un gas inflamable (como acetileno para FAAS), lo que permite el análisis de muestras de noche y sin supervisión y mejora la seguridad. Además de no precisar una lámpara para cada elemento, la ICP-OES presenta numerosas ventajas con respecto a la FAAS. La ICP-OES es una auténtica técnica multielemental, capaz de medir de forma simultánea, o casi simultánea, hasta 74 elementos con límites de detección de unas pocas partes por billón. Como resultado, la ICP-OES (también denominada ICP-AES, espectroscopia de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente) se ha convertido en la técnica de referencia para las determinaciones elementales en muchos sectores, como la monitorización medioambiental.

Gracias a la temperatura elevada del plasma de argón, la ICP-OES puede tolerar matrices complejas con sólidos disueltos totales (TDS) de hasta ~25 %, en función de la configuración específica. Además, la sensibilidad en ICP-OES está entre la de la FAAS/MP-AES y la de la GFAAS (rango desde pocas ppb hasta el nivel porcentual). En consecuencia, la ICP-OES puede medir todos los elementos que anteriormente se determinaban con FAAS. ICP-OES podría también medir algunos de los elementos que, por ser los límites de notificación más bajos, precisan el uso de GFAAS.

Sin embargo, la ICP-OES no puede compararse con la GFAAS en cuanto a límites de detección en el rango inferior a las ppb y de ppt. Por este motivo, los laboratorios que utilizan ICP-OES como técnica principal para el análisis elemental seguirán precisando de una técnica más sensible como la GFAAS o la ICP-MS (véase la siguiente sección) para el análisis a nivel de trazas de elementos tales como As, Se, Cd, Pb, etc. Según aumenta el número de muestras, la GFAAS pasa a ser el factor limitante para la productividad del laboratorio. Por tanto, los laboratorios con un elevado número de muestras, en general eligen la ICP-MS, que permite el análisis multielemental con límites de detección bajos.

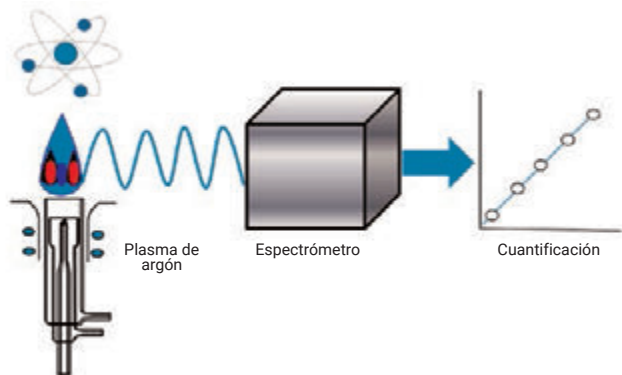


Figura 4. Diagrama esquemático simplificado del sistema del espectrómetro de ICP-OES

Espectrometría de masas atómica

La espectrometría de masas (MS) atómica, también conocida como espectrometría de masas inorgánica, se trata de una técnica en la que se utiliza un espectrómetro de masas para separar y medir átomos o elementos. La espectrometría de masas atómica es diferente de las técnicas de MS "orgánicas", como la LC/MS y la GC/MS, que miden moléculas orgánicas o compuestos orgánicos.

Para poder medir la composición elemental de una muestra por MS, los átomos de los elementos se convierten en iones cargados, para que puedan enfocarse y separarse. La fuente de iones puede ser un encendedor de descarga luminiscente (GD), una chispa, un filamento, una pistola de iones, un láser o un plasma (como se utiliza en ICP-MS). Algunas fuentes de iones (GD, chispa, láser) se utilizan para medir muestras sólidas, mientras que el plasma puede tratar muestras líquidas como disoluciones acuosas y digestiones con ácidos.

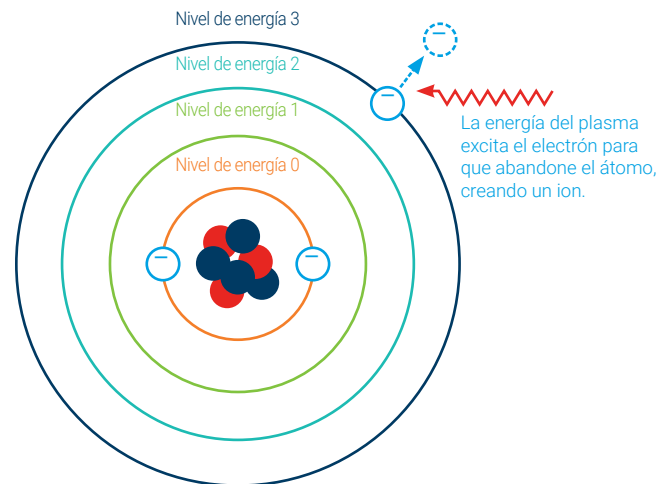


Figura 5. La energía que proporciona el plasma de argón elimina un electrón del átomo de un elemento, creando un ion con una sola carga positiva.

El espectrómetro de masas que se usa para separar los iones puede ser un sector magnético, tiempo de vuelo, trampa de iones o cuadrupolo. Un cuadrupolo aporta un buen equilibrio entre alta transmisión, resolución de menos de 1 unidad (u) de masa y coste relativamente bajo. La mayor parte de los sistemas de ICP-MS utilizan un filtro cuadrupolo de masas, bien en una configuración de cuadrupolo simple o en un MS tándem (MS/MS) tal como un triple cuadrupolo (ICP-QQQ).

Para proporcionar una transmisión y resolución elevadas, el espectrómetro de masas y el detector se colocan en la cámara de vacío. Los iones que se miden se forman dentro de la cámara de vacío (en el caso de un encendedor de descarga luminiscente, por ejemplo) o se transfieren a la zona de alto vacío desde una fuente de iones externa tal como un plasma. Una vez separados los diferentes iones elementales en el espectrómetro de masas, se cuentan, utilizando normalmente un multiplicador de electrones. El número de iones medido en cada masa se compara con la señal para un patrón conocido y se convierte en una concentración de cada elemento del material que se está analizando.

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)

A mediados de la década de 1980, se acopló el ICP de argón a un espectrómetro de masas cuadrupolar, originando los primeros instrumentos de ICP-MS comerciales. El desarrollo aprovechó el ICP de argón como fuente de iones muy eficiente, acoplándolo con el espectrómetro de masas cuadrupolar por su elevada sensibilidad, espectros muy sencillos y una mayor velocidad de barrido. El resultado es un instrumento que combina la capacidad multielemental rápida y simultánea de la ICP-OES con la sensibilidad de la GFAAS. En un instrumento de ICP-MS, el plasma de argón funciona como fuente de

iones. Los iones pasan a la zona de alto vacío con el analizador de masas cuadrupolar a través de un conjunto de conos de interfase y lentes iónicas. Los iones son separados por el cuadrupolo y transmitidos a un multiplicador de electrones para la detección (Figura 6).

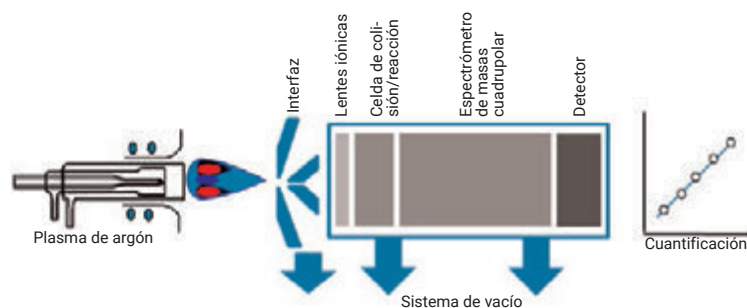


Figura 6. Diagrama esquemático simplificado de los componentes principales de un sistema de ICP-MS de cuadrupolo

Aunque el plasma de argón de un sistema de ICP-MS es similar al plasma empleado en la ICP-OES, la finalidad es diferente. En la ICP-MS, solo se miden los iones, por lo que el plasma está optimizado para ionizar los átomos elementales. El plasma de argón es ideal para ello, pues el argón tiene un potencial de ionización (IP) (la energía necesaria para quitar el primer electrón del átomo neutro) de 15,76 electrón-voltios (eV). Este IP es superior al primer IP de prácticamente todos los demás elementos, pero inferior a su segundo IP, por lo cual los átomos de la mayoría de los elementos se convierten eficientemente en iones con una sola carga positiva.

La eficiencia de la ionización (y, por tanto, la sensibilidad) es mejor si hay una temperatura elevada en el canal central del plasma. Se consigue una temperatura elevada del plasma con un generador de estado sólido de alta eficiencia, con un inyector de antorcha de diámetro interno amplio y en condiciones de funcionamiento optimizadas. El resultado es un plasma "robusto" que consigue una ionización >95 % para la mayoría de los elementos. Incluso los elementos que peor se ionizan, como Be, As, Se, Cd y Hg, lo hacen sustancialmente, por lo que se pueden medir en niveles de trazas (ppt). La robustez del plasma es una característica de rendimiento que suele monitorizarse midiendo la relación entre CeO^+ y Ce^+ . CeO^+ es un ion molecular con un enlace fuerte. Se considera que un plasma para ICP-MS es robusto si cuenta con suficiente energía como para disociar el ion CeO^+ para dar una relación de CeO^+/Ce^+ de alrededor de 1,5 % o menos. El empleo de una temperatura elevada del plasma en el sistema de ICP-MS proporciona una mejor descomposición de la matriz, lo que supone menos deposición de la matriz, mayor estabilidad y menor mantenimiento. Una temperatura alta del plasma proporciona más energía para disociar otros iones moleculares, con lo que se reduce el nivel de otros iones que pudieran formar posibles interferencias espectrales.

Los iones se extraen del plasma y se pasan a la zona de alto vacío para su separación y detección. Los fotones y especies neutras se rechazan utilizando una lente iónica fuera de eje, mientras que los iones moleculares (poliatómicos) restantes se retiran empleando helio (He) como gas de celda con discriminación de energía cinética (KED) en la celda de colisión/reacción (CRC). El modo KED elimina los iones poliatómicos, que son más grandes y, por tanto, colisionan con el gas de celda con mayor frecuencia que los iones atómicos con los que se superponen. En consecuencia, los iones poliatómicos pierden más energía que los iones (más pequeños) del analito, lo que permite rechazar a los iones poliatómicos empleando tensión de polarización en la salida de la celda. El modo KED ha transformado la exactitud y fiabilidad del análisis por ICP-MS, en particular para el análisis multielemental de las muestras que se encuentran en los laboratorios de análisis medioambientales y de alimentos.

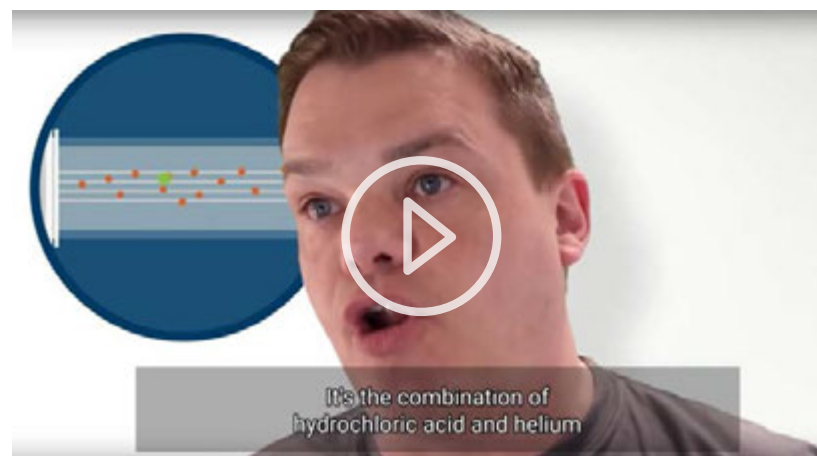


Figura 7. En este [breve video](#) se explica cómo funciona el modo de helio para eliminar las interferencias poliatómicas en ICP-MS.

El espectrómetro de masas cuadrupolar separa los iones según su relación masa/carga (m/z). Para iones con una sola carga, la m/z es igual a la masa, por lo que el ICP-MS mide los elementos como un espectro simple de masa atómica (isotópica) característica desde 6Li hasta ${}^{238}U$. Muchos elementos tienen varios isótopos con masas diferentes, por lo que para estos elementos la ICP-MS también puede proporcionar la relación isotópica e información sobre la abundancia.

El cuadrupolo es un espectrómetro de masas de barrido, pero funciona a una velocidad de barrido muy alta (más de 10 barridos de masa completa por segundo). Con esta alta velocidad se consigue medir eficazmente todos los elementos al mismo tiempo. Después de separarse en el filtro de masas, los iones pasan a un detector multiplicador de electrones, que genera un pulso para cada ion que lo alcanza. Los pulsos (o "recuentos") se convierten en concentraciones comparando las señales con una calibración que se crea midiendo patrones de concentración conocida.

Gracias a su amplia cobertura elemental (se pueden medir hasta 70 elementos de forma rutinaria) y a su rango dinámico lineal desde menos de un ppt hasta miles de ppm, ICP-MS supera las capacidades de los instrumentos tanto ICP-OES como GFAAS.

Los continuos avances en la tecnología han solucionado el problema de que los primeros instrumentos de ICP-MS presentaban una baja tolerancia a los niveles altos de sólidos totales disueltos (TDS). Sin embargo, la mayoría de los instrumentos de ICP-MS modernos continúan limitados a un nivel de TDS máximo de aproximadamente el 0,2 % (2.000 ppm), lo que es un factor 100 veces inferior al de sus equivalentes de OES. Para mejorar la tolerancia a diferentes matrices de ICP-MS y permitir el análisis directo de muestras con valores altos de TDS, con frecuencia se utiliza la dilución en aerosol. Los instrumentos Agilent para ICP-MS cuentan con sistemas con introducción de muestras de contenido en matriz ultraalto (UHMI). Esta tecnología utiliza la adición de gas argón automáticamente calibrado entre la cámara de nebulización y la antorcha de ICP para diluir el aerosol de la muestra. La cantidad de aerosol que llega al plasma se reduce, permitiendo el análisis de niveles de matriz más elevados sin provocar la supresión de la señal, la deposición de la matriz y la deriva. La UHMI elimina el tiempo y los posibles errores asociados con la dilución convencional de las muestras líquidas y evita el coste y la complejidad que supone un diluidor automático. Dado que la dilución tiene lugar en la fase gaseosa, no se puede producir ninguna contaminación posible desde los diluyentes acuosos, y la robustez del plasma se mejora al reducirse la carga de disolvente (agua) en el plasma. La UHMI es el estándar en los sistemas de ICP-MS de Agilent, y permite a los instrumentos medir directamente las muestras con niveles de matriz de hasta un 25 % de TDS, próximo a la capacidad de ICP-OES.

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente de triple cuadrupolo (ICP-QQQ)

El avance más reciente en espectrometría atómica es el desarrollo de un sistema de ICP-MS basado en una espectrometría de masas tándem (ICP-MS/MS), normalmente en configuración de triple cuadrupolo (QQQ). El término "espectrómetro de masas de triple cuadrupolo" hace referencia a un instrumento que utiliza dos espectrómetros de masas cuadrupolo de transmisión en serie. Los dos espectrómetros de masas están separados por una celda de colisión/reacción que contiene una guía de iones multipolo (véase la definición del término 538 según la IUPAC).

El sistema de ICP-QQQ Agilent 8900 usa dos analizadores de masas cuadrupolo de perfil hiperbólico separados por una celda de colisión/reacción del sistema de reacción octopolar (ORS). El ORS es similar a la celda empleada en los sistemas de ICP-MS de cuadrupolo simple de Agilent, pero la configuración MS/MS permite usar la celda con gases de celda muy reactivos. Los modos del gas de reacción con ICP-MS/MS pueden ser un abordaje útil y eficaz para resolver interferencias problemáticas que no se puedan solucionar con el modo de He con KED.

El primer cuadrupolo (Q1) del sistema de ICP-QQQ se utiliza para controlar los iones que entran en la celda de colisión/reacción. Las colisiones o reacciones de la celda eliminan las interferencias y, a continuación, se utiliza el cuadrupolo analizador (Q2) para transmitir al detector los iones del analito separados. En la Figura 8 se muestra un diagrama esquemático simplificado de la configuración del sistema de ICP-QQQ.

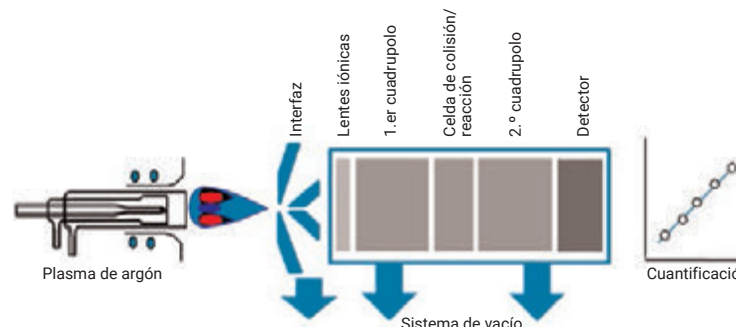


Figura 8. Diagrama esquemático simplificado del sistema de ICP-MS de triple cuadrupolo

¿Por qué utilizar el sistema de ICP de triple cuadrupolo?

La principal diferencia entre el ICP-QQQ y el ICP-MS de cuadrupolo simple es que el ICP-QQQ permite el funcionamiento MS/MS, donde tanto el Q1 como el Q2 actúan como filtros de masas unitarias. El Q1 selecciona la masa del ion del analito que entra en la celda, rechazando todas las demás masas. Este proceso de selección garantiza que los iones de la celda sean uniformes e independientes de la composición de la muestra, por lo que los métodos de gas de celda reactivo pueden usarse de forma fiable. El control de la química de la reacción permite que el sistema de ICP de triple cuadrupolo pueda solucionar los problemas de interferencias a los que no consigue dar respuesta el sistema de ICP-MS de cuadrupolo convencional. Entre estos se encuentran la separación de superposiciones isobáricas directas (como ^{204}Hg sobre ^{204}Pb), la resolución de superposiciones de iones de doble carga (por ejemplo las de elementos de tierras raras REE^{2+} sobre As y Se) y la eliminación de interferencias de fondo muy intensas (N_2 sobre ^{28}Si , O_2 sobre ^{32}S , etc.).

El sistema de ICP-QQQ 8900 también ofrece una sensibilidad significativamente más alta y un ruido de fondo mucho más bajo que los habituales para los sistemas de ICP-MS de cuadrupolo simple. Además, como realiza dos pasos de filtrado de masas, el sistema ICP-QQQ 8900 proporciona una sensibilidad de abundancia (AS), que es una medida del grado de superposición entre los picos adyacentes, muy superior. El funcionamiento en modo MS/MS permite al sistema 8900 resolver picos de trazas de los picos principales en la masa adyacente (para separar, por ejemplo, Mn-55 de Fe-56).

¿Cómo seleccionar la técnica adecuada?

La técnica de espectroscopia atómica que es adecuada para su laboratorio, tanto en la actualidad como en el futuro, depende de numerosos factores. ¿Qué elementos tiene que medir y en qué tipo de muestras? ¿Cuál es su presupuesto y cuál es el nivel de cualificación de sus técnicos de laboratorio? A continuación indicamos las principales áreas que debe considerar a la hora de elegir una técnica.

Comparación

Comenzaremos por una comparación de alto nivel sobre las diferentes técnicas de espectroscopia atómica (Tabla 1) entre sí.

Tabla 1. Comparación de las técnicas de espectroscopia atómica.

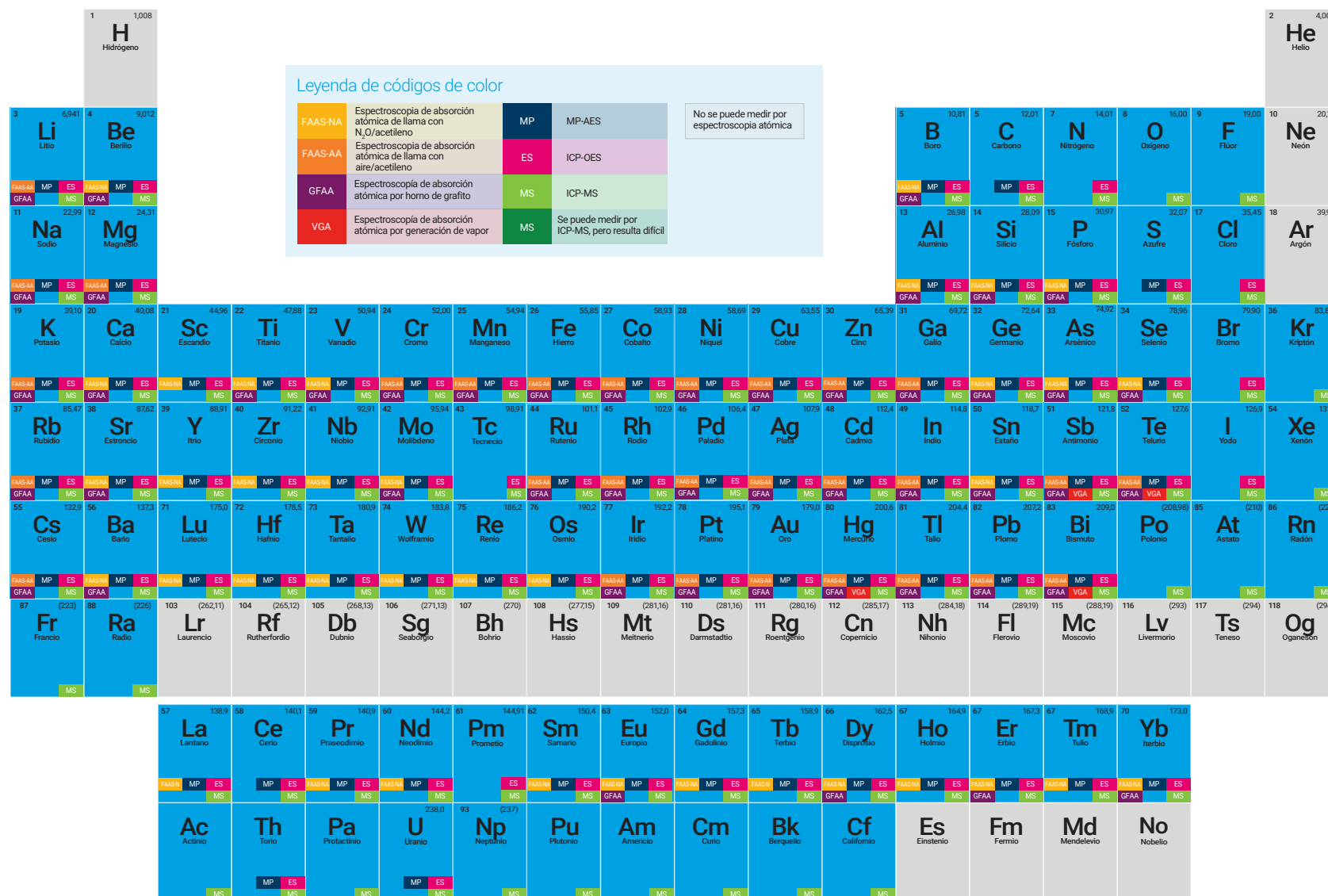
	FAAS Ver los productos	GFAAS Ver los productos	MP-AES Ver los productos	ICP-OES Ver los productos	ICP-MS Ver los productos	ICP-QQQ Ver los productos
Precio relativo	\$	\$ \$	\$ \$	\$ \$ \$	\$ \$ \$ \$	\$ \$ \$ \$ \$
Coste relativo por muestra	\$ \$	\$ \$	\$	\$ \$	\$ \$ \$	\$ \$ \$
Sensibilidad relativa						
Reseñas	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience
N.º máx. de muestras al día ¹	de 100 a 200 (6 elementos)	60 (4 elementos)	de 300 a 400 (10 elementos)	de 2.000 to 2.500 (>50 elementos)	1.200 (>50 elementos)	1.200 (>50 elementos)
Rango dinámico de las medidas ²	de 100 ppb a 1.000 ppm	de 10 ppt a 1.000 ppb	de 100 ppb a 1.000 ppm	de 10 ppb a 10.000 ppm	de <1 ppb a 1.000 ppm	de <1 ppb a 1.000 ppm
Volumen de muestra relativo requerido						
Tolerancia relativa de sólidos en la muestra						
Medida de los elementos	Secuencial	Secuencial	Secuencial	Simultáneo	Simultáneo	Simultáneo
¿Cuántos elementos se pueden medir?	67	48	70	74	86	87
Requisitos de tarea de mantenimiento rutinaria relativos						
Experiencia del operario requerida relativa						
Se puede dejar sin supervisión	✗	✓	✓	✓	✓	✓
Conformidad con la parte 11/el anexo 11 de GMP	✓ (con software opcional)	✓ (con software opcional)	✗	✓ (con software opcional)	✓ (con software opcional)	✓ (con software opcional)

	FAAS Ver los productos	GFAAS Ver los productos	MP-AES Ver los productos	ICP-OES Ver los productos	ICP-MS Ver los productos	ICP-QQQ Ver los productos
Especificaciones						
Consumo energético relativo	⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡ ⚡	⚡ ⚡ ⚡
Dimensiones (mm - anchura x profundidad x altura)	790 x 580 x 5.904 ³	1.030 x 600 x 5.904 ³	960 x 660 x 660	625 x 740 x 887	730 x 600 x 595	1.060 x 600 x 595
Peso	75 kg	119 kg	73 kg	90 kg	100 kg	139 kg
Requisitos de suministro de gases	Aire comprimido y acetileno puro al 99,0 % y/o N ₂ O puro al 99,5 % (en función de los elementos medidos), escape con un flujo de 2,5 m ³ /min	Argón al 99,99 % o nitrógeno al 99,99 %, escape con un flujo de 3 m ³ /min	Nitrógeno puro al 99,5 % ⁴ , escape con un flujo de 2,5 m ³ /min	Argón puro al 99,95 % Opcional: Nitrógeno, oxígeno, escape con un flujo de 2,5 m ³ /min	Argón al 99,99 % ⁵ , escape con un flujo de 5 a 7 m ³ /min	Argón al 99,99 % ⁵ , escape con un flujo de 5 a 7 m ³ /min
Garantía ⁶	12 meses	12 meses	12 meses	12 meses	12 meses	12 meses
Accesorios						
Muestreador automático	Opcional	Incluida	Opcional	Opcional	Opcional	Opcional
Sistema de refrigeración por agua	No es necesario	Requiere suministro de agua de refrigeración	No es necesario	Requerido, no incluido	Requerido, no incluido	Requerido, no incluido

1. Para alcanzar estos números demuestras, los instrumentos de ICP-OES e ICP-MS deben llevar una válvula de conmutación.
2. Rango dinámico solo del instrumento, sin dispositivos de introducción de muestras que mejoran la sensibilidad.
3. La altura depende del modelo seleccionado.
4. El MP-AES solo requiere nitrógeno, que puede extraerse del aire ambiental mediante un generador de nitrógeno. Como alternativa, se puede emplear un recipiente Dewar con nitrógeno.
5. En aquellas aplicaciones en las que sea necesario controlar la contaminación, p. ej., la medida de impurezas en productos químicos semiconductores, podría requerirse una pureza del argón de al menos el 99,999%.
6. Agilent dispone de diversas opciones de ampliación de la garantía y de soporte.

¿Qué elementos tiene que medir?

La primera pregunta que hay que hacerse es qué elementos tiene que medir, pues con cada técnica se puede medir un conjunto de elementos diferente. La siguiente tabla periódica codificada en colores le servirá como guía para saber con qué técnica se puede medir cada elemento. Sin embargo, las concentraciones que puede medir cada técnica varían según el elemento.



Elementos difíciles de medir utilizando la espectroscopia atómica

Hay algunos elementos que, o bien no se pueden medir con la técnica de espectroscopia atómica, o bien necesitan un abordaje especial. Entre estos elementos se encuentran:

N, O, Kr, Xe

El nitrógeno y el oxígeno son abundantes en el aire ambiental del entorno del laboratorio, además de estar presentes en las disoluciones acuosas típicas que se miden, que habitualmente se estabilizan con ácido nítrico (HNO_3). El consecuente nivel alto de fondo dificulta la medida de estos elementos en niveles bajos sin un abordaje especial. ICP-MS ofrece los mejores límites de detección para N y O, pero precisa de un abordaje alternativo de introducción de muestras "en seco", como una interfaz de muestreo de gases o GC-ICP-MS. Para los análisis de rutina de estos elementos se recomienda el uso de técnicas alternativas a la espectroscopia atómica.

El Kr y el Xe son gases, por lo que la calibración no es sencilla. También se ionizan mal y pueden estar presentes en niveles de trazas en el argón de alta pureza utilizado para soportar el plasma del sistema de ICP. Estos elementos se pueden medir mediante ICP-MS si se emplea un sistema de introducción de muestras adecuado. Por ejemplo, se suele emplear Xe (como patrón de gas Xe de 100 ppm en helio) para la sintonización y como patrón interno para las aplicaciones de GC-ICP-MS.

F, Cl

Estos elementos se pueden medir en niveles relativamente bajos con un sistema de ICP-MS de triple cuadrupolo, que puede utilizar la química de reacción para convertir el ion F o Cl en un ion producto medible. Cl se puede medir con el ICP-MS de cuadrupolo simple, pero la señal de fondo es alta, por lo que los límites de detección son mediocres.

H, He, Ne

Estos elementos no se pueden medir con ninguna técnica de espectroscopia atómica. Esto se debe a que estos elementos no emiten ni absorben luz en los rangos que se pueden medir en ninguna de las técnicas ópticas. ICP-MS no ofrece ninguna solución, puesto que H y He quedan fuera del rango de masas medido por la técnica, mientras que Ne no se ioniza en plasma de argón.

Ar

El argón se utiliza como gas fuente para el plasma tanto en ICP-OES como en ICP-MS. Por ello, los niveles de fondo de Ar son muy altos, dificultando la medida con estas técnicas.

Elementos de vida corta

Elementos tales como At, Fr o Rn y aquellos con número atómico superior a 99 son muy radiactivos, por lo que se desintegran rápidamente a otro elemento o isótopo. Algunos elementos existen en la naturaleza, como el radón (Rn), pero estos elementos radiactivos suelen tener una vida muy corta como para medirlos mediante técnicas de espectroscopia atómica. Estos elementos suelen determinarse mediante una técnica radiométrica (recuento de desintegración radiactiva).

Medida de relaciones isotópicas

Una de las aplicaciones avanzadas que emplean la medida por espectrometría de masas (ICP-MS) es la capacidad de separar y medir los isótopos individuales de un elemento. Esta capacidad permite determinar la relación de dos o más isótopos, lo que resulta útil en aquellas aplicaciones en las que la abundancia isotópica varía de forma natural. Entre los ejemplos se encuentra la geocronología, en la que la abundancia isotópica natural de determinados elementos (como Pb, Hf y Sr) cambia en función de la edad de la roca. Las ciencias del clima también pueden usar las relaciones isotópicas y elementales en los minerales incorporados en los sedimentos oceánicos o en los corales para reconstruir las temperaturas marinas históricas.

El análisis isotópico también se emplea en aplicaciones tales como la producción de combustible nuclear, los estudios de fraccionamiento elemental, la arqueología y los estudios de trazadores biológicos. La medida de la relación isotópica también resulta fundamental en la técnica de calibración conocida como espectrometría de masas de dilución isotópica (IDMS). La IDMS suele utilizarse en laboratorios como los institutos de metrología y para la certificación de materiales de referencia, donde se precisa trazabilidad y donde resultan esenciales una buena exactitud y precisión.

¿Cuántos elementos y muestras tiene que medir?

El número de elementos y el número de muestras que mida también son consideraciones importantes a la hora de seleccionar una técnica de análisis elemental. Tanto la ICP-OES como la ICP-MS miden todos los elementos requeridos en una sola adquisición (análisis simultáneo). La AAS de llama y por horno de grafito y la MP-AES miden los elementos uno tras otro (análisis secuencial). La medida simultánea es mucho más rápida que la secuencial, pues todos los analitos se miden en una sola visita al vial de la muestra. Si tiene que medir muchos elementos (más de 10) en muchas muestras (más de 50), las técnicas secuenciales serán demasiado lentas.

Por ejemplo, cada medida de un solo elemento con GFAAS lleva de 2 a 3 minutos, en función del elemento medido. Esto supone que la medida de cinco elementos con tres réplicas de cada muestra requerirá aproximadamente entre 30 y 45 minutos por muestra (5 elementos x

3 réplicas x 2 o 3 minutos por réplica). En consecuencia, un instrumento de GFAAS puede realizar aproximadamente 240 medidas por triplicado en 24 horas. Esto puede ser 1 elemento en 240 muestras, 4 elementos en 60 muestras o 10 elementos en 24 muestras.

Por el contrario, cuando se configura con una válvula de conmutación, las técnicas de ICP pueden medir más de 50 elementos por triplicado con un tiempo de análisis entre muestras de unos 30 segundos (para ICP-OES) o de 1 minuto (para ICP-MS). Esto supone unas 60.000 determinaciones por triplicado al día para ICP-MS y hasta 125.000 para ICP-OES.

Todas las técnicas, salvo la AAS de llama, pueden dejarse sin supervisión, por lo que se puede cargar un muestreador automático y dejar al instrumento funcionando 24 horas al día. Por motivos de seguridad, la AAS de llama debe supervisarse en todo momento. Esto limita el funcionamiento al horario laboral.



Figura 9. El uso de un muestreador automático aumentará la productividad y permitirá que el instrumento funcione sin supervisión.

Rango lineal

Cada técnica de espectroscopia atómica puede medir diferentes concentraciones de los elementos. Las técnicas se pueden separar en GFAAS e ICP-MS, que puede medir niveles traza (menos de 10 ppb), y AAS de llama, MP-AES e ICP-OES, que pueden medir niveles superiores (más de 10 ppb).

Pero esto no es todo. Las muestras pueden contener elementos en diferentes concentraciones, desde el nivel de trazas hasta el nivel porcentual. Por ejemplo, es posible que tenga muestras que contengan tanto 100 ppm de Na como 10 ppb de Mo.

Siempre podrá diluir o concentrar las muestras, pero esto lleva tiempo y puede introducir errores. Para mejorar la productividad y la exactitud, las técnicas multielementales tales como ICP-OES e ICP-MS deben poder medir estos niveles de concentración variados dentro del mismo análisis. Y algunos elementos pueden variar mucho de una muestra a otra, por lo que también es importante el rango de concentraciones de cada elemento que puede medir la técnica. El rango de concentraciones de una técnica analítica suele describirse en términos de su rango dinámico lineal (el rango en el cual el detector ofrece una respuesta lineal en respuesta a un cambio en la concentración).



Figura 10. Las muestras medioambientales tales como suelo, lodos y agua a menudo contienen elevados niveles de algunos elementos y niveles muy bajos de otros. Es importante que la técnica de múltiples elementos como la ICP-OES o la ICP-MS pueda gestionar estas diferencias de concentración en una medida; de lo contrario, habrá que realizar varias medidas de la misma muestra, con las tareas de preparación de muestras que forman parte de ello.

Debe seleccionar una técnica que pueda trabajar con el rango de concentración de cada uno de los elementos que se presupone que está en las muestras. Si el laboratorio va a recibir muestras de concentraciones desconocidas, deberá elegir una técnica con un amplio rango, como la ICP-MS, para asegurarse de que puede realizar las medidas. Por el contrario, si está monitorizando el nivel de uno o dos elementos que sabe que van a estar en el entorno de 100 ppm, un sistema de absorción atómica de llama, más sencillo y económico, será adecuado. Consulte la Tabla 2 para ver una comparación de los rangos de medida de cada técnica.

Tabla 2. El rango de concentración que puede medir cada técnica de espectroscopia atómica. Para cada técnica, la barra indica el rango entre el límite de detección típico y el límite de medida superior del instrumento base (sin ninguna mejora en el sistema de introducción de muestras).

	<ppq				ppt				ppb				ppm				%
	1	10	100	1.000	1	10	100	1.000	1	10	100	1.000	1	10	100	1.000	
AAS de llama																	
MP-AES																	
ICP-OES																	
GFAAS																	
ICP-MS																	
ICP-QQQ																	

Límites de detección

Los límites de detección (DL) que se pueden conseguir con cada técnica analítica puede ser un importante factor a la hora de decidir si la técnica es adecuada o no para el análisis pretendido. Muchos métodos regulados contienen concentraciones permisibles máximas para los tipos de muestras de interés, y la técnica elegida debe ser capaz de medir estas concentraciones de manera fiable para dichos métodos. El método podría definir el abordaje que se debe emplear para establecer la concentración más baja a la que puede conseguirse un análisis fiable, denominado en ocasiones el límite de cuantificación o LOQ. Normalmente, el LOQ será de 3 a 10 veces superior al "límite de detección del instrumento" (IDL). Otro parámetro que suele tenerse en cuenta es el límite de detección del método (MDL), que incluye el factor de dilución de la muestra y cualquier contribución (como la contaminación) del procedimiento de preparación de muestras.



En general, las técnicas de “elemento traza”, GFAAS e ICP-MS, presentan unos límites de detección significativamente inferiores a las de otras técnicas de espectroscopia atómica. Sin embargo, la cuestión de los límites de detección es más compleja. Cada técnica ofrecerá un rendimiento superior para algunos elementos que para otros, a menudo en función de la sensibilidad y de la señal de fondo del elemento. Por ejemplo, en ICP-OES, una línea de emisión muy intensa proporcionará mayor sensibilidad y, por tanto, menores DL que una línea de emisión menos intensa. De manera similar, para ICP-MS, un isótopo más abundante proporcionará mayor sensibilidad y menores DL que un isótopo poco abundante.

Una de las razones para la rápida adopción de la ICP-MS en laboratorios de metales es que la técnica generalmente presenta DL bajos para los elementos que se miden habitualmente con los niveles más bajos. En este grupo se incluyen numerosos metales pesados como Cr, As, Cd, Hg y Pb. Los elementos con DL más altos en ICP-MS suelen ser analitos que se miden habitualmente en los niveles más elevados, como los elementos minerales Na, K, Ca, S, Fe, etc.

La matriz de la muestra y la composición elemental principal también afectan al DL. Por ejemplo, es posible que el DL de un elemento se vea fuertemente degradado por una superposición espectral en una matriz determinada de la muestra. El entorno del laboratorio y la calidad de los reactivos también afectarán en gran medida a los DL reales que se pueden conseguir de manera rutinaria para cada técnica. Suele afirmarse que las técnicas más sensibles con los DL más bajos precisan los productos químicos más limpios y la máxima calidad del aire, como en una sala limpia. Sin embargo, son los límites de notificación que se pueden conseguir de los que dependen de estos factores, más que la técnica en sí. Por ejemplo, unos reactivos de mala calidad o la contaminación de la muestra provocada por un entorno de laboratorio con polvo pueden impedir que un sistema de ICP-MS consiga los DL de ppt e inferiores a las ppt que puede conseguir la técnica. Pero esto no importa si los límites de notificación mínimos son de ppb.

Interferencias

Las interferencias son interacciones durante la medida de las muestras que pueden afectar negativamente al resultado medido. Las interferencias en espectroscopia atómica se pueden dividir en tres grupos:

- Interferencias físicas, causadas por la matriz de la muestra o la solución en la que se prepara.
- Interferencias químicas, causadas por la interacción entre los componentes de la muestra y los analitos.
- Interferencias espectrales, en las que la señal medida para un elemento no se separa por completo de la señal para otro elemento en la longitud de onda o en la escala de masas.

Cada técnica sufre cada uno de los tres tipos de interferencia en distinta medida. Esto se ilustra en la Tabla 3. Aunque las técnicas de espectroscopia atómica presentan diferentes niveles de interferencias, todas tienen formas bien establecidas de contrarrestar el impacto de estas interferencias. Esto se consigue con la configuración del hardware, las condiciones operativas y las herramientas de software, o bien mediante procedimientos de preparación de muestras y de control de calidad. Las diferencias en cuanto a interferencias no deberían ser un factor fundamental para elegir una técnica para su laboratorio. Sin embargo, si no conoce la composición de muchas de las muestras que va a analizar (denominadas habitualmente muestras "desconocidas"), deberá tener en cuenta las interferencias durante el desarrollo de métodos.

Tabla 3. Incidencia relativa de diferentes tipos de interferencias para cada técnica (más puntos indica un nivel de interferencias superior).

Tipo de interferencia	Técnica de espectroscopia atómica					
	AAS de llama	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Físicas	••	•	••	••	••	••
Químicas	•••	••••	••	•	••	••
Espectrales	•	•	••	•••	••	•

Interferencias físicas

Las interferencias físicas se producen cuando los niveles variables de matriz y disolvente provocan cambios en la viscosidad, tensión superficial y tasas de evaporación de la solución, provocando diferencias en los niveles de señal medidos. Las interferencias físicas se producen con todas las técnicas que implican el bombeo de líquidos. Estos efectos suelen producirse en el sistema de introducción de muestras, aunque algunos también pueden afectar al paso de preparación de muestras, por ejemplo durante el pipeteado de las soluciones. Los efectos físicos pueden estar provocados por:

- Un disolvente usado para preparar los patrones diferente al usado para las muestras (p. ej., HCl frente a HNO₃, o bien un disolvente acuoso frente a alcohol al 10 %).
- Un nivel diferente de ácido o disolvente orgánico entre patrones y muestras (p. ej., patrones preparados en ácido al 0,1 % y muestras en ácido al 10 %).
- Un nivel diferente de los elementos principales en las muestras en comparación con los patrones (p. ej., patrones sintéticos sencillos para las digestiones de las muestras que contengan un elevado nivel de carbono disuelto, o un 1 % de sólidos disueltos).

Se pueden emplear diferentes abordajes para corregir las interferencias físicas, de las cuales las más usadas son la coincidencia de la matriz, la adición patrón y la corrección de la señal.

La coincidencia de la matriz se utiliza cuando el usuario identifica los principales componentes de las muestras y prepara los patrones (y las disoluciones en blanco y de CC, etc.) de forma similar. Esto puede ser tan sencillo como añadir la misma cantidad de ácido, o más sofisticado, como preparar los patrones en la misma disolución empleada para la preparación y dilución de las muestras. Si los patrones se encuentran en la misma matriz que las muestras, los efectos físicos deberían ser los mismos para ambos, por lo que deberían minimizarse las diferencias en la señal.

La adición patrón es una forma avanzada de coincidencia de la matriz, en la que se añaden soluciones patrón a la propia muestra, con lo que se elimina cualquier variabilidad en la composición de la matriz. Aunque atractiva en principio y ampliamente usada en algunos sectores, la adición patrón presenta el inconveniente de que cada tipo de muestra diferente debe calibrarse usando su propio conjunto de picos de la adición patrón.

La corrección de la señal se basa en la adición de un elemento no objetivo como patrón interno. Un patrón interno ideal es aquel elemento que no es un analito requerido, no sufre ni provoca interferencias con otro analito y no está presente en la muestra de forma natural. El patrón interno se añade (a menudo de forma automática con un conector de mezcla en línea) en el mismo nivel a todas las disoluciones (patrones, blancos, controles de calidad y especies desconocidas). Las interferencias físicas generalmente afectan a la cantidad total de solución transportada a la fuente, por lo que cualquier cambio en la señal debería afectar a todos los elementos con la misma intensidad. Después del análisis, el cambio en la señal del patrón interno se utiliza para corregir la señal de los analitos. Por ejemplo, si la señal del patrón interno era un 10 % más baja en una muestra en que los patrones (recuperación del 90 %), la señal del analito se corregirá en el mismo porcentaje. Esta corrección con el patrón interno compensa la pérdida de la señal debida a la matriz de la muestra. La corrección mediante patrón interno se utiliza ampliamente en las técnicas de espectroscopia atómica, con la ventaja de que puede corregir la deriva de largo plazo, además de las interferencias físicas. Las técnicas de múltiples elementos (ICP-OES e ICP-MS) con frecuencia utilizan varios patrones internos para dar la máxima corrección posible para todos los analitos.

Interferencias químicas

Las interferencias químicas aparecen cuando los elementos sufren una interacción química durante la introducción o la medida de la muestra. Estas interferencias son más habituales con las fuentes de atomización de menor temperatura, como la AAS de llama. Esto se debe a que la menor temperatura de la llama es menos eficiente a la hora de descomponer y disociar el material de la muestra y de formar átomos libres de los analitos que se van a medir. Si un componente de la matriz se combina con los átomos del analito para formar otro compuesto, habrá menos átomos del analito libres y, por tanto, menos absorbancia a la longitud de onda atómica característica del analito. La matriz de la muestra y los elementos específicos presentes en ella pueden por tanto afectar a la cantidad de señal del analito generada en comparación con la señal de los patrones. Las interferencias químicas en la AAS de llama se pueden reducir utilizando una llama de mayor temperatura o añadiendo un modificador químico.

Durante la aspiración de la muestra tienen lugar algunos efectos químicos; por ejemplo, si está presente un elemento en una forma más volátil en las muestras que en los patrones. Esto puede provocar que aumente la señal, pues el compuesto más volátil se vaporiza a partir de la superficie de las gotas del aerosol. Este tipo de efecto químico se puede solucionar estabilizando químicamente el elemento con un disolvente adecuado o con un agente acomplejante.

Los efectos de ionización son otro tipo de interferencia química que pueden afectar a los análisis de AAS de llama a temperatura alta. Los efectos de ionización tienen lugar cuando un elemento fácilmente ionizado se convierte desde la forma atómica en un ion (como en ICP-MS). Si se forman iones, no se podrán cuantificar en la espectroscopia de absorción atómica.

Aunque las interferencias químicas afectan más frecuentemente a la AAS, la fuente de iones y de átomos de ICP, a mayor temperatura, que se emplean en ICP-OES e ICP-MS no son inmunes. Un ejemplo que afecta a ICP-MS es la mejora de la ionización que se observa para arsénico y selenio cuando se miden en presencia de un nivel elevado de carbono. La presencia de la matriz de carbono en un nivel % bajo mejora la ionización de As y Se, incrementando la señal con relación al nivel de los patrones bajos en carbono. El efecto se corrige con facilidad si se añade un exceso de carbono (por ejemplo, en forma de butan-1-ol al 2 %) a todas las soluciones, de modo que la intensificación de la señal sea uniforme.

Interferencias espectrales

Las interferencias espectrales pueden afectar a todas las técnicas de espectroscopia atómica en diferente grado. La fuente de AAS de llama de baja temperatura tiende a sufrir menos superposiciones espectrales, mientras que la fuente de ICP de muy alta temperatura produce un

espectro de emisión extremadamente rico e intenso. Con miles de líneas de emisión en el rango de longitudes de onda medidas de un sistema de ICP-OES (véase la Figura 11 como ejemplo), existe una elevada probabilidad de que al menos dos líneas estén próximas, interfiriéndose potencialmente entre sí. Si el sistema de ICP-OES tiene la capacidad de monitorizar varias líneas de emisión para cada elemento, simplemente se puede elegir para el análisis una línea que esté libre de interferencias, con lo que se evitan las interferencias espectrales.

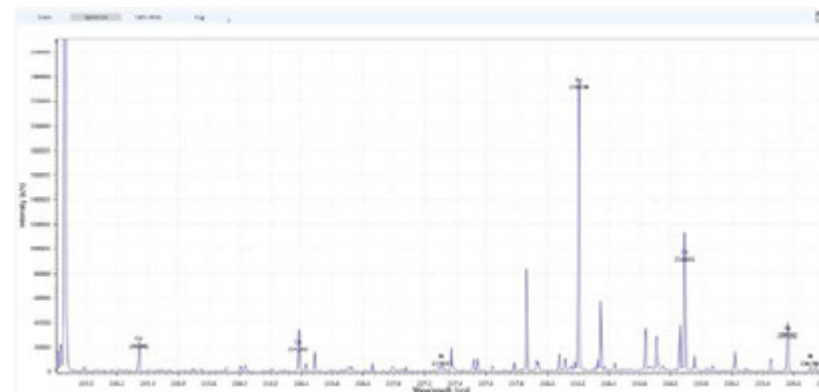


Figura 11. Un espectro de líneas de emisión de ICP-OES típico, mostrando un rango de longitudes de onda de aproximadamente 4 nm.

El espectro de masas de ICP-MS contiene menos de 240 masas atómicas/isotópicas naturales, por lo que es mucho más sencillo que el espectro de emisión óptica de ICP. Además, todos los elementos medidos mediante ICP-MS (salvo el indio) tienen al menos una masa (isótopo) sin superposición directa con ningún otro elemento. Mientras que las superposiciones entre elementos son, por tanto, fáciles de evitar en ICP-MS, también se pueden formar superposiciones espectrales a partir de las combinaciones de elementos que forman iones moleculares conocidos como iones "poliatómicos". Estos iones poliatómicos se pueden formar a partir del gas argón, de elementos tales como N y O del aire y de componentes de la disolución y de la matriz de la muestra. Algunos ejemplos habituales de superposiciones de iones poliatómicos son el O_2^+ , que se superpone con el isótopo principal de azufre a m/z 32, el ArO^+ , que se superpone con el isótopo principal de hierro a m/z 56 y el $ArCl^+$, que se superpone con el único isótopo de arsénico a m/z 75. El limitado número de isótopos disponibles para el análisis por ICP-MS puede dificultar evitar las superposiciones poliatómicas. Las interferencias poliatómicas solían ser una limitación importante para conseguir resultados precisos en muestras con contenido en matriz variable y elevado. Ahora, los fabricantes de instrumentos han desarrollado formas eficaces y automatizadas para manejar las interferencias poliatómicas, pero no todos los instrumentos de ICP-MS tienen la misma capacidad, por lo que es necesario considerar estas diferencias cuidadosamente.

Costes

Costes de preparación

Además del precio de compra del instrumento, es posible que tenga que realizar una inversión para realizar cambios significativos en el laboratorio a fin de alojar un instrumento de espectroscopia atómica. A continuación se presenta una lista general de los requisitos.

- Extracción de gases de escape.
- Suministros de gas.
- Campana de humos para la preparación de muestras (en función del tipo de muestra).
- Equipo para la preparación de muestras, como sistema de digestión en microondas (en función del tipo de muestra).
- Mesas de laboratorio capaces de admitir el tamaño y soportar el peso de un instrumento analítico de gran tamaño.
- Aire acondicionado.
- Agua de refrigeración (para GFAAS, ICP-OES o ICP-MS).
- Capacidad de acceso y elevación para introducir el instrumento en el laboratorio.
- Fuente de alimentación monofásica (normalmente, con el instrumento en un circuito independiente).
- Analistas debidamente formados o con experiencia.

Si se miden elementos en niveles de ppt

- Sala limpia o campana de flujo laminar para proporcionar condiciones libres de polvo.
- Reactivos con calidad de alta pureza.
- Patrones de alta calidad.

Servicios e instalaciones necesarios para un instrumento de espectrometría atómica

Costes continuados

Cada técnica de espectroscopia atómica presenta distintos requisitos de mantenimiento y consumibles. Deberá incluir el coste de los consumibles y del mantenimiento del instrumento en el presupuesto. Aquí se incluye información general sobre lo que se necesita en cada técnica:

Costes de servicios públicos

Los gases y la electricidad son los mayores costes de servicios públicos asociados a los análisis por espectroscopia atómica. Por ejemplo, la calidad y cantidad de argón varía según cada técnica. La GFAAS solo utiliza 3 l/min de argón (o N_2 , en función de los elementos que se midan), mientras que las técnicas basadas en plasma, como la ICP-OES y la ICP-MS, utilizan unos 20 l/min (ya que el plasma es alimentado por argón). La ICP-MS podría requerir también menores volúmenes de consumibles de He, H_2 , NH_3 y O_2 (en función de los requisitos del método). La ICP-OES puede funcionar con argón de menor pureza, del 99,95 % (más económico), mientras que la GFAAS y la ICP-MS precisan de argón de alta pureza, del 99,99 % (como mínimo).

La AAS de llama requiere aire comprimido, acetileno y óxido nitroso como gases, en función de los elementos que se tengan que medir.

La MP-AES ofrece los costes de servicios públicos más bajos y, por tanto, el menor coste por muestra. Solo precisa de un suministro continuado de nitrógeno, que se puede extraer del aire ambiental con el uso de un generador de nitrógeno. Se precisa un pequeño suministro de argón con un 99,0 % de pureza (en una botella incorporada) para encender el plasma. La MP-AES también tiene reducidos requisitos de energía, precisando tan solo una fuente de alimentación de 10 A.

Tanto la ICP-OES como la ICP-MS consumen más energía que las otras técnicas. La ICP-MS y la ICP-QQQ son las que más consumen, por utilizar bombas de vacío que normalmente funcionan de forma continuada. Tanto la ICP-MS como el ICP-QQQ precisan de una fuente de alimentación independiente de 30 A. La ICP-OES precisa de una fuente de alimentación de 15 A.

Cualquiera de estas técnicas podría requerir aire acondicionado, en función del clima local. El laboratorio debe mantenerse a una temperatura de entre 15 y 30 °C y a una humedad de entre el 20 y el 80 %.

Es importante realizar comparaciones de costes basadas en el coste por muestra analizada. La ICP-OES y la ICP-MS son técnicas de múltiples elementos que pueden medir un lote de muestras rápidamente. Aunque requieren más gases y más energía durante su funcionamiento, llevan menos tiempo que otras técnicas para medir el mismo número de muestras.

Tarea de mantenimiento rutinaria

Todas las técnicas de espectroscopia atómica precisan de una limpieza y un mantenimiento periódicos. Cuantas más muestras se midan y cuanto más complejas sean las muestras, más mantenimiento requerirán.

En particular, las técnicas de elevada sensibilidad como la GFAAS y la ICP-MS (incluido el ICP-QQQ) necesitan limpiarse con mayor frecuencia si se lleva a cabo el análisis en el nivel de ultratrazas.

Si utiliza un instrumento a diario, debe esperar llevar a cabo las siguientes actividades de mantenimiento:

Diario

Inspeccione y limpie la zona de introducción de muestras. Esto incluye el nebulizador, la cámara de nebulización, la antorcha, el quemador o el tubo de grafito, los tubos para bomba y los contenedores de residuos. Estos elementos de mantenimiento son similares en todas las técnicas, salvo la GFAAS, que tiene componentes diferentes. Espere dedicar hasta 30 minutos al día a realizar estas actividades. Tenga en cuenta que algunos instrumentos pueden proporcionar al usuario un informe sobre el estado del sistema cada mañana, detallando el mantenimiento requerido, en su caso.

Semanal

Inspeccione y limpie la zona donde se calienta la muestra (p. ej., el compartimento de la antorcha). Espere dedicar de 30 a 60 minutos a realizar estas actividades.

Como norma, todas las técnicas presentan similares requisitos de mantenimiento diario/semanal. Sin embargo, la GFAAS, la ICP-OES y la ICP-MS tienen más tareas de mantenimiento que se realizan con menor frecuencia. Dichas tareas incluyen comprobar los niveles de agua en el sistema de refrigeración y los niveles de aceite de la bomba de vacío.

Facilidad de uso y destreza requerida por los analistas

Existe una tendencia creciente para los instrumentos analíticos de incluir niveles elevados de automatización y funciones de software que reducen la destreza requerida en los analistas. Para los tipos de muestras más frecuentes, los métodos y herramientas suministrados con los instrumentos ayudarán a asegurar resultados precisos en los informes.

Los instrumentos de AAS de llama y MP-AES requieren menos destreza por parte de los analistas para su uso. La GFAAS precisa de un mayor nivel de destreza, principalmente debido a la sofisticada química implicada y a que los límites de detección son inferiores. La GFAAS también suele presentar menos funciones automatizadas, por lo que depende de la destreza del analista para desarrollar métodos y realizar los análisis.

Una vez configurado un método de rutina, el funcionamiento diario de cualquiera de las técnicas de espectroscopia atómica es relativamente sencillo. El desarrollo de un método nuevo precisa de un mayor nivel de destreza, con métodos complejos y de múltiples elementos y tipos de muestras más variados que incrementan el nivel de destreza requerido. Los instrumentos de espectroscopia atómica modernos normalmente incluyen recursos tales como bibliotecas de métodos y guías de flujos de trabajo de software que ayudan a los usuarios noveles en dicha tarea, que puede resultar abrumadora.

Tabla 4. Comparación de la complejidad relativa del desarrollo de métodos para las distintas técnicas de espectroscopia atómica.

	AAS de llama	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Complejidad del desarrollo de métodos	🎓	🎓	🎓🎓🎓	🎓🎓	🎓🎓	🎓🎓🎓

Métodos: regulados y disponibilidad de los predesarrollados

Métodos regulados

Muchos análisis elementales habituales están regulados por el gobierno en distintos países. Por ejemplo, la medida de metales en agua potable está regulado por la Agencia de Protección del Medio Ambiente de EE. UU. (EPA). La EPA ha publicado los siguientes métodos para agua potable:

- 200.5 Determination of Trace Elements In Drinking Water By Axially Viewed Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry (2003)
- 200.7 Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (1994)
- 200.8 EPA Method 200.8 Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (1994)
- 200.9 Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphic Furnace Atomic Absorption (1994)

Para cada uno de estos métodos, la técnica analítica requerida viene determinada por el método seleccionado. A su vez, el método viene probablemente determinado por las normativas de obligado cumplimiento.

Hay más de 1.500 métodos estándar en todo el mundo para el análisis elemental. Van desde los muy específicos, como la medida de molibdeno en el aire del lugar de trabajo ([GB/T 17087](#)), hasta los más amplios, como la medida de 26 elementos en agua ([US EPA 200.8](#)).

Métodos predesarrollados y desarrollo de métodos

Muchos instrumentos incluyen un conjunto de plantillas de métodos que resultan adecuadas para los tipos de análisis más frecuentes, como la medida de elementos en agua potable. Los métodos incluidos suelen ser para los análisis regulados. Si sus análisis se salen de lo ordinario o si tiene requisitos muy específicos, deberá localizar un método publicado para su instrumento o desarrollar uno por su cuenta.

Las técnicas de un solo elemento, como AAS de llama o por horno de grafito, llevan ya un tiempo entre nosotros y suelen tener métodos bien establecidos para muchos analitos y tipos de muestras.

Los métodos de múltiples elementos que se usan en ICP-OES e ICP-MS tienen más variables y, por tanto, son más complejos de configurar. Estos métodos podrían también requerir más modificaciones al transferir un método existente a un instrumento nuevo.

Preparación de muestras

Muestras líquidas



Figura 12. Las muestras suelen introducirse en forma líquida para la medida utilizando cualquier técnica de espectroscopia atómica. Todas las técnicas, salvo la GFAAS, utilizan un nebulizador para convertir la muestra líquida en un vapor de aerosol. En GFAAS se inyecta la muestra líquida utilizando una jeringa.

Para el análisis convencional, las muestras que se van a medir utilizando técnicas de espectroscopia atómica de llama, cámara o plasma se introducen en forma líquida. Incluso las muestras que ya sean líquidas suelen precisar una preparación antes de su medida. Esta preparación de muestras puede incluir filtración, acidificación, digestión u otra forma de estabilización para asegurar que los analitos permanecen estables en la disolución.

La mayoría de los métodos regulados o estándar especifican el proceso de preparación de muestras que se debe emplear. También existen numerosas "recetas" en Internet sobre preparación de muestras para los distintos tipos de muestras. Por ejemplo, Agilent publica [notas de aplicación que describen una amplia gama de análisis](#).

Muestras sólidas



Figura 13. Determinación del contenido elemental de muestras de suelo, roca o menas en una aplicación de espectroscopia atómica habitual.

Las muestras de suelo y sedimentos suelen secarse antes de su procesamiento. Las muestras tales como rocas o menas se pulverizan hasta conseguir un polvo fino; posteriormente, se mezclan y se toman submuestras para asegurarse de tener una muestra representativa para su análisis.

La muestra de suelo, sedimento o roca se somete a continuación a un tratamiento ácido para disolver los elementos que se deseen analizar (los analitos). Este proceso de tratamiento ácido se denomina digestión (es similar al proceso de digestión que tiene lugar en el estómago de los animales).

Para el análisis a nivel de trazas, la digestión y los posibles pasos de transferencia o almacenamiento de muestras deben llevarse a cabo en recipientes fabricados con un material inerte como cuarzo o un polímero. No se deben usar contenedores de vidrio de borosilicato o de carbonato de sodio para el análisis de trazas de metales, pues el material del vidrio contiene elementos que podrían lixivarse en la disolución ácida. El vidrio también adsorbe elementos traza de la disolución, produciendo inestabilidad y malas recuperaciones.

Digestión, dilución y filtración

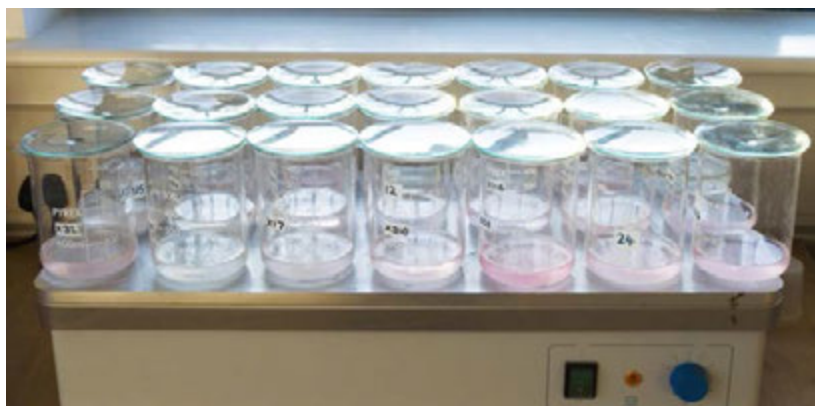


Figura 14. Es posible que haya que someter las muestras a digestión ácida para disolver los elementos.

En función de los elementos que se deseen medir y del tipo de muestra, es posible que haya que someter las muestras a digestión ácida. La digestión y otros requisitos de preparación de muestras dependerán de la aplicación y del método. Los métodos regulados o estándar especificarán normalmente la preparación de muestras que debe llevarse a cabo.

Para digerir una muestra, puede colocarse en una cubeta de precipitación con un ácido y calentarse en una placa eléctrica (dentro de una campana de humos del laboratorio). También se pueden usar sistemas de digestión con microondas o sistemas de "bloques calefactados". Los sistemas de bloques calefactados pueden manejar muchas muestras al mismo tiempo y ofrecen un mejor control de la temperatura que las placas eléctricas. Los sistemas de digestión por microondas utilizan "contenedores cerrados" para permitir el uso de una temperatura y una presión superiores, con lo que se mejora la digestión.

Los ácidos que se emplean para la digestión de las muestras dependen del tipo de muestra y de los elementos que se desean medir (un recurso útil es el [Handbook of Decomposition Methods in Analytical Chemistry](#)). Los elementos difíciles, como el molibdeno, precisan de un ácido más agresivo, como el fluorhídrico (HF) para su disolución y evitar la precipitación. En la práctica, podría ser necesaria una combinación de ácidos para disolver la muestra. Si tiene que utilizar ácido fluorhídrico en la preparación de muestras, debe usar componentes inertes, pues este ácido ataca al vidrio. Agilent suministra componentes inertes para sus sistemas de espectroscopia atómica; por ejemplo, un [sistema de introducción de muestras inertes para ICP-OES](#).

Los últimos pasos en la preparación de muestras serán la dilución y la filtración, en su caso. El método normalmente especificará hasta qué volumen final hay que diluir las muestras. Es posible que tenga que diluir aún más para llevar las muestras al rango calibrado del instrumento o para reducir el nivel de sólidos disueltos totales (TDS) en la muestra hasta un nivel que pueda tratar el instrumento (esto variará según la técnica y el modelo del instrumento). Las muestras que contienen partículas sin disolver deberán filtrarse; de lo contrario, las partículas provocarán obstrucciones en el sistema de introducción de muestras del instrumento.

Preparación de muestras orgánicas

Los productos químicos orgánicos tales como muestras de aceites normalmente se analizarán siguiendo el planteamiento "dilución e inyección", empleando un disolvente orgánico adecuado (hexano, xileno, tolueno, etc.). Sin embargo, si en las muestras hay partículas de gran tamaño (p. ej., muestras de aceites para el análisis de contaminantes metálicos), habrá que someterlas a digestión.

La medida de compuestos orgánicos podría precisar el acoplamiento de determinadas piezas al instrumento, así como una configuración específica del instrumento. Con las técnicas de AA, MP e ICP-OES, es importante evitar la acumulación de carbono procedente de las muestras orgánicas en la antorcha de plasma o en el quemador de la llama. Al medir disolventes orgánicos con ICP-OES o ICP-MS, se añade oxígeno gaseoso (como una mezcla al 20 % en argón) a la antorcha para descomponer la matriz y evitar depósitos de carbono en el inyector de la antorcha o en el cono de interfase para ICP-MS. En ICP-MS, la adición de oxígeno provocaría la rápida degradación de los conos de níquel estándar, de modo que los conos de interfase deben sustituirse por los conos de platino a la hora de analizar disolventes orgánicos.

El [sistema de filtración Agilent FilterMate](#) le permite digerir, filtrar y analizar muestras en el mismo tubo. Los tubos con filtro son compatibles con sistemas de digestión con bloques calefactados, pero no son adecuados para su uso en sistemas de digestión por microondas.



Componentes de los instrumentos específicos del disolvente



Figura 15. Los tubos para bomba deben ser compatibles con el disolvente empleado.

Los tubos usados en la bomba peristáltica del instrumento deben ser compatibles con el disolvente empleado. Por ejemplo, Agilent ofrece diferentes tipos de tubos para diferentes disolventes, para su uso con sus instrumentos [AA](#), [MP-AES](#), [ICP-OES](#) e [ICP-MS](#).

Es posible que haya que cambiar todo el sistema de introducción de muestras por uno compatible con los disolventes empleados. Por ejemplo, muchos analistas tienen un conjunto de componentes aparte para su uso con muestras orgánicas.

Calibración

Las técnicas de espectroscopia atómica miden las concentraciones de los elementos de interés con relación a una solución de concentración conocida, denominada patrón. El proceso de definir la relación entre el valor medido y la concentración en el patrón conocido se denomina "calibración". El patrón conocido suele ser una solución de calibración certificada o un material de referencia certificado. Los fabricantes de los instrumentos suelen poner a disposición de sus clientes soluciones de calibración. Por ejemplo, Agilent [ofrece una amplia gama de patrones de calibración certificados de un solo elemento y de múltiples elementos](#). Los fabricantes de productos químicos también fabrican y suministran patrones de calibración, mientras que los fabricantes de materiales de referencia, como el Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST) proporciona materiales de referencia certificados (CRM) y estándar (SRM) pertinentes para todo un abanico de sectores y aplicaciones. Los CRM y SRM se pueden utilizar para la calibración de los instrumentos o analizarse como muestras de control de calidad (CC) para proporcionar una verificación independiente sobre la exactitud de los patrones de calibración.

El abordaje habitual para la calibración en la espectroscopia atómica es preparar una serie de patrones de calibración a partir de una solución madre certificada que contenga los elementos de interés. Las técnicas de un solo elemento, como la AAS, normalmente emplean una calibración independiente para cada elemento que miden. Los patrones monoelementales solo se certifican para la concentración del elemento diana. Las técnicas de múltiples elementos, como la ICP-OES y la ICP-MS, con frecuencia utilizan patrones de calibración mixtos que contienen todos los elementos de interés. Los patrones para ICP son mucho más caros que los patrones para AAS, puesto que los primeros se certifican no solo en los niveles correctos de los elementos diana, sino que también se comprueba y certifica la ausencia de otros elementos.

Las soluciones madre de calibración se diluyen para conseguir los niveles de patrones que abarcan el rango de concentración esperado en las muestras desconocidas. A continuación, los patrones diluidos se miden con el mismo método que se usará para las muestras desconocidas. La señal (absorción, emisión o recuentos) medida para cada elemento en cada nivel de concentración es procesada por el software del instrumento, proporcionando un gráfico de la relación entre señal y concentración.



Para las técnicas con una fuente de átomos a una temperatura relativamente baja, como la AAS de llama, la respuesta lineal solo abarcará un pequeño rango de concentraciones (como se muestra en la Figura 16). Esto implica que será difícil conseguir resultados precisos a concentraciones más elevadas, donde la relación entre absorbancia y concentración no es lineal. Esto se puede solucionar diluyendo las muestras para llevarlas a la parte lineal de la calibración o utilizando unos procedimientos matemáticos más sofisticados para establecer la relación entre absorbancia y concentración.

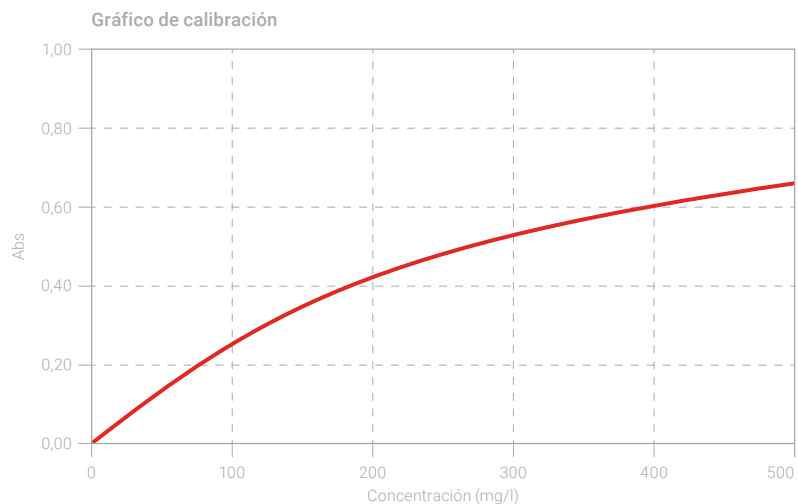


Figura 16. Una relación lineal entre la absorbancia y la concentración podría abarcar solamente un pequeño rango de concentraciones para técnicas tales como la AAS de llama. De este modo, es necesario diluir las muestras hasta que sus concentraciones estén dentro del rango lineal de la calibración o bien utilizar unos procedimientos matemáticos más sofisticados. En el gráfico de calibración que se presenta aquí, la relación es lineal solo hasta 100 mg/l.

En instrumentos con una fuente de mayor temperatura (plasma) (ICP-OES e ICP-MS), la calibración es habitualmente lineal a lo largo de varios órdenes de magnitud. El ajuste de la curva para estas calibraciones lineales se puede expresar como $y = ax + b$, donde a es la pendiente y b la ordenada en el origen. La calibración resulta más sencilla cuando la técnica ofrece una respuesta lineal en un rango de concentraciones amplio, pues se necesitan menos patrones. Además, los métodos son más flexibles, pues no es necesario que los patrones se correspondan estrechamente con las concentraciones de las muestras. En la Figura 17 se ilustra una calibración de ICP-MS lineal para Na que abarca cinco órdenes de magnitud. Esta calibración de ICP-MS es lineal desde 0,1 hasta 10.000 ppm.

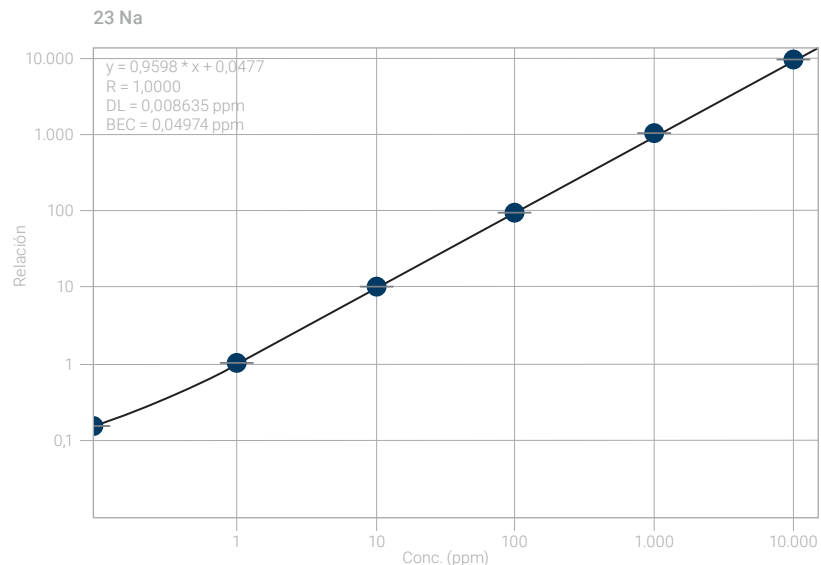


Figura 17. Esta calibración de ICP-MS para Na es lineal desde 0,1 hasta 10.000 ppm.

Aplicaciones

La espectroscopia atómica se utiliza para una amplia gama de medidas en numerosos sectores. En la Tabla 5 se indica qué técnicas son las más utilizadas para los distintos tipos de medidas.

¿Qué técnicas se usan habitualmente para las distintas aplicaciones?

Tabla 5. Sectores en los que se emplea la espectroscopia atómica y técnicas más usadas en cada uno de ellos. Cuantos más puntos haya, más frecuentemente se usa la técnica correspondiente.

Sector	Aplicaciones típicas	AAS de llama	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ	
Agricultura	Suelo	••	•	•	•••	•••	•	
	Plantas	••	••	•	•••	••	•	
	Fertilizantes	••		••	•••			
Cánnabis	Fabricación /CC		•		••	•••	•	
Investigación clínica	Fluidos biológicos		••			•••	••	
Energía y productos químicos	Pureza química fina	•	••		•••	•••	•• (para alta pureza)	
	Energía renovable: biocombustibles, paneles solares, pilas de combustible	•	•	••	•••	•••	••	
Análisis medioambiental	Suelo	•••	••	•	•••	•••	••	
	Agua	•••	••	•	•••	•••	••	
	Aire		••		••	•••	••	
	Monitorización de residuos derivados de la industria y de la generación de energía	•				•••	•••	•
	Materiales de desecho	•••	•	•		•••	••	•

Sector	Aplicaciones típicas	AAS de llama	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Alimentos y bebidas	Seguridad alimentaria		•		•	•••	••
	Etiquetado nutricional	••	•	••	••	•	
	Autenticidad de los alimentos	•	•	•	••	•••	••
Ciencias forenses	Análisis de vidrio, pintura, tinta		•		••	•••	••
	Residuos de pólvora		••		•	•••	•
Geoquímica y minería	Exploración	•••	•	•	•••	••	•
	Producción (monitorización de productos finales)	•	•	•	•••	••	••
	Investigación y geocronología					••	•••
Biociencia	Análisis de células individuales					••	•••
	Bioimágenes					•••	•••
	Proteómica					•	•••
	Metalómica					••	•••
Materiales	Cerámica	•	•		•••	••	•••
	Baterías	•	•		•••	••	•
	Imanes	•	•		•••	•••	•••
	Catalizadores				•••	•••	••
	Vidrio y fibra óptica		•		•	••	•••
Metales y aleaciones	Superaloaciones		•		••	•••	••
	Metales preciosos		•		•••	••	•••
	Metales ferrosos				•••	••	•

Sector	Aplicaciones típicas	AAS de llama	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Nanomateriales	I+D y fabricación					•••	•••
	Monitorización medioambiental					•••	•••
	Aditivos alimentarios					•••	•••
	Productos de consumo					•••	•••
Nuclear	Producción de combustible					•	••
	Desmantelación					••	•••
	Monitorización del agua de refrigeración de los reactores					•••	••
Industria petroquímica	Contaminantes metálicos en lubricantes	••		••	•••	•	
	Petróleo crudo	••		••	•••	••	••
	Control de procesos				•••	••	••
	CC de combustibles	••		••	•••	••	•
Industria farmacéutica/biofarmacéutica	Descubrimiento de fármacos		•			••	•••
	Sustancias extraíbles y lixiviables		•		••	•••	•
	Fabricación/CC		•		••	•••	•
Semiconductor	Pureza de productos químicos de procesos		•		••	••	•••
	Pureza de obleas de silicio		•			••	•••
	Metales de alta pureza		•		•	••	•••

Recomendaciones para supuestos de medida habituales

Medida de concentraciones en el nivel de trazas (<10 ppb) o ultratrazas (ppt) en un reducido número de muestras

Para aquellos laboratorios que midan pocos elementos en niveles de trazas o ultratrazas (ppt) con un número reducido de muestras al día, existen dos opciones: Espectroscopia de absorción atómica por horno de grafito (GFAA o AAS de cámara de grafito) o espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).

GFAAS permite medir 48 elementos, mientras que ICP-MS puede medir 86. Los elementos habituales que no puede medir la GFAAS pero sí la ICP-MS son: Br, C, Ce, Cl, F, Gd, Hf, Ho, I, La, Lu, Nb, Nd, Os, Pr, Re, S, Sc, Sm, Ta, Tb, Th, Tm, U, W, Y y Zr. Incluso con ICP-MS, los límites de detección para C son mediocres, mientras que F precisa de un abordaje de ICP-QQQ especial.

La GFAAS tiene un precio de compra menor y menos costes operativos que la ICP-MS. Sin embargo, la ICP-MS realiza análisis mucho más rápidos, posee un rango dinámico lineal mucho más amplio y tiene menos interferencias. Para más elementos o un número de muestras mayor, la ICP-MS es más rápida y rentable, puesto que mide todos los elementos en una adquisición de entre 2 y 3 minutos para cada muestra. Por contra, la GFAAS mide cada elemento de manera independiente en la muestra, lo que requiere entre 2 y 3 minutos para cada medida de un solo elemento. Esto supone que la medida de cinco elementos con tres réplicas de cada muestra requerirá aproximadamente entre 30 y 40 minutos por muestra (5 elementos x 3 réplicas x 2 minutos por réplica) con la GFAAS. En consecuencia, un instrumento de GFAAS puede realizar aproximadamente 240 medidas por triplicado en 24 horas. Esto puede ser 1 elemento en 240 muestras, 4 elementos en 60 muestras o 10 elementos en 24 muestras.

Ambas técnicas necesitan un nivel razonable de conocimientos y destrezas para su uso. Ambas pueden utilizarse sin supervisión, por lo que se puede cargar un muestreador automático y dejar que el instrumento complete el análisis. Los laboratorios de control de calidad (QA/QC) normalmente eligen la GFAAS, pero si el laboratorio se está ampliando y desea asegurarse de poder gestionar cargas de muestras superiores en el futuro, la ICP-MS puede proporcionar la cobertura para más elementos y el mayor número de muestras analizadas que se necesitan para crecer.



Ventajas de la ICP-MS

La ICP-MS resulta ideal para aquellos usuarios que:

- Tienen que medir más de 10 elementos por muestra o si es posible que el número de elementos aumente en el futuro.
- Tienen que medir elementos que no se pueden medir mediante GFAAS.
- Tienen más de 100 muestras al día o tiene lotes de más de 200 muestras.
- Miden elementos que podrían estar presentes en niveles desconocidos o si la concentración de los elementos varía mucho de una muestra a otra.



Ventajas de la GFAAS

La GFAAS es ideal para aquellos laboratorios que:

- Necesitan una cuantificación en el nivel de trazas donde la carga de muestras y elementos no supera las 240 medidas al día (cuatro elementos x 60 muestras en 24 horas). Aquí se han supuesto tres réplicas en cada medida.
- Saben el rango de concentración aproximado de los analitos y saben que la concentración no va a variar significativamente de una muestra a otra.
- Solo tienen que medir unos pocos elementos.
- Desean mantener bajo su gasto en capital, minimizar los costes de preparación del laboratorio y reducir los costes operativos.



Agilent ofrece un sistema de absorción atómica Duo que combina un instrumento de absorción atómica de llama y uno de GFAAS. Los elementos en bajas concentraciones se miden con GFAAS y los de concentraciones superiores con AAS de llama. Ambos pueden medir muestras al mismo tiempo, con lo que se incrementa el número de muestras analizadas. El instrumento de absorción atómica de llama no se puede dejar sin supervisión, por lo que el análisis está limitado al tiempo durante el cual un analista puede monitorizar el instrumento.

Medida de más de diez elementos en concentraciones bajas (<10 ppb) en más de 50 muestras

Si su laboratorio tiene que medir diez o más elementos presentes en concentraciones inferiores a 10 ppb y tiene que medir más de 50 muestras al día, la técnica idónea es la espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS). La ICP-MS también puede medir concentraciones mayores de los elementos, pero si el número de elementos y el número de muestras es bajo, otras técnicas como la AAS de llama o la MP-AES son una opción más económica para medir analitos con alta concentración.

La ICP-MS ofrece:

- Medidas rápidas de prácticamente todos los elementos en una lectura de 3 minutos por muestra (1 minuto por muestra si se utiliza una válvula de conmutación).
- Sensibilidad elevada y límites de detección bajos (hasta ng/l (ppt) o por debajo de las ppt) para la mayoría de los elementos. También se pueden medir las relaciones isotópicas de los elementos.
- Capacidad de medir elementos a concentraciones desde menos de 0,1 ppt hasta más de 1.000 ppm en la misma medida.
- Funciones para poder eliminar prácticamente todas las interferencias de la medida.
- Capacidad de medir una amplia variedad de tipos de muestras, incluidos disolventes orgánicos y disoluciones con niveles de sólidos disueltos de hasta el 25 %.
- Conexión con otras técnicas tales como cromatografía de líquidos o de gases para separaciones cromatográficas o ablación láser para muestras sólidas directas.
- Funcionamiento sin supervisión, con el uso de un muestreador automático.



¿Qué tipo de ICP-MS necesita?

La ICP-MS está disponible en dos configuraciones habituales: la ICP-MS de cuadrupolo simple o la ICP-MS de triple cuadrupolo (conocida como ICP-QQQ). La ICP-QQQ también se conoce como ICP-MS en tándem o ICP-MS/MS. Ambas configuraciones pueden medir 86 elementos; además, la ICP-QQQ también puede medir F, a diferencia de la ICP-MS de cuadrupolo simple.

La ICP-MS de cuadrupolo simple tiene un menor precio de compra y unos costes operativos ligeramente menores que la ICP-QQQ. La ICP-QQQ precisa de un nivel de conocimientos superior para su configuración y uso, aunque esto depende de los métodos que se realicen. Muchos métodos desarrollados para un sistema de ICP-MS cuadrupolo simple pueden realizarse sin modificaciones con ICP-QQQ.

La principal ventaja del ICP-QQQ es su capacidad para resolver interferencias espectrales que no se puede resolver con ICP-MS de cuadrupolo simple. El ICP-QQQ tiene unos límites de detección muy inferiores y consigue unos resultados más uniformes para tipos de muestras variables. Por ejemplo, los elementos Si, P y S sufren intensas interferencias espectrales cuando se miden con ICP-MS de cuadrupolo simple, por lo que los límites de detección son relativamente mediocres. Un ICP-QQQ puede solucionar estas interferencias, permitiendo la medida de estos elementos difíciles en niveles de trazas.



La ICP-MS de cuadrupolo simple

La ICP-MS es ideal para aquellos laboratorios que:

- Realizan métodos ICP-MS de rutina (a menudo regulados).
- Miden un abanico normal de elementos traza, sin incluir elementos "difíciles" como F, Cl, Si, P o S.
- Analizan tipos de muestras habituales, como muestras medioambientales.
- No necesitan medir elementos en niveles de ultratrazas (inferior a las ppt).



ICP-MS de triple cuadrupolo

El ICP-QQQ es ideal para aquellos laboratorios que:

- Realizan aplicaciones exigentes que incluyen tipos de muestras complejas, precisan del análisis de F, Cl, Si, P o S o implican interferencias difíciles de solucionar.
- Necesitan medir niveles de ultratrazas (inferior a las ppt) de elementos en materiales de gran pureza o en sustancias químicas de procesos de fabricación de semiconductores.
- Necesitan medir analitos que sufren superposiciones isobáricas (elementales) directas (como $^{204}\text{Pb}/^{204}\text{Hg}$, $^{87}\text{Sr}/^{87}\text{Rb}$, $^{176}\text{Hf}/^{176}\text{Lu}$) o isótopo radiogénicos; los laboratorios que miden muestras geoquímicas o nucleares con frecuencia necesitan esta capacidad.
- Necesitan medir bajas concentraciones de elementos con una masa situada junto a la de un elemento principal, como B en matriz de carbono, Mn en acero, Np en uranio.
- Desean poder trabajar con la más amplia variedad de tipos de muestras y elementos, tanto ahora como en el futuro.

Medida de muchos elementos en concentraciones de medias a altas (>10 ppb) en un gran número de muestras

Los laboratorios con altas cargas de trabajo que necesitan medir muchos elementos en muchas muestras necesitarán una técnica de análisis de metales en plasma acoplado inductivamente como ICP-OES o ICP-MS.

Cuando se comparan las dos técnicas, es importante observar que existe una superposición de los rangos de concentración que pueden medir la ICP-OES y la ICP-MS. Si todos los elementos se encuentran siempre en concentraciones superiores a 10 ppb, entonces la ICP-OES es la mejor opción. Si hay que medir concentraciones más bajas de algunos elementos o se desea medir C, F, Cl, Br o I, entonces se recomienda la ICP-MS. Incluso con ICP-MS, los límites de detección para C son mediocres, mientras que F precisa de un abordaje de ICP-QQQ especial. Consulte la sección [¿Qué elementos tiene que medir?](#), más arriba.

Aunque la ICP-OES no puede medir concentraciones de metales hasta los niveles de partes por trillón que puede medir la ICP-MS, sí suele utilizarse para medidas que posiblemente se medían anteriormente con AA de llama.

Otras aplicaciones muy especializadas que se usan para medir los elementos radiactivos Np, Pu, Am o Ra u otros elementos actínidos muy escasos (Ac, Bk, Cf, Cm, Pa, Po) también precisan de ICP-MS.





ICP-OES

La ICP-OES resulta ideal para aquellos usuarios que:

- Tienen un número elevado de muestras (más de 1.200 muestra al día). En estos casos, necesitarán la velocidad de la ICP-OES, que requiere menos de un minuto para medir la concentración de hasta 74 elementos en una muestra.
- Tienen que medir muestras con niveles muy elevados (porcentuales) de sólidos totales disueltos (TDS) o sólidos suspendidos. La ICP-MS puede medir estas muestras, pero es más sencillo analizarlas de forma rutinaria con ICP-OES.
- Miden muestras que van a contener siempre más de 10 ppb de cada elemento.



ICP-MS

La ICP-MS es la mejor opción si necesita:

- Análisis en niveles por debajo de 10 ppb para algunos elementos o si es probable que necesite este rendimiento en el futuro (debido a un cambio normativo, por ejemplo).
- Capacidad de medir relaciones isotópicas de los elementos.
- Capacidad para combinar el análisis elemental con otras técnicas tales como cromatografía de líquidos o de gases para separaciones cromatográficas o ablación láser para muestras sólidas directas.

Medida de menos de 10 elementos en concentraciones altas (>100 ppb) en menos de 100 muestras al día

Si se miden pocos elementos en concentraciones superiores a 100 ppb en un número reducido de muestras, las técnicas ideales son la espectrometría de absorción atómica de llama (denominada FAAS, AAS de llama o simplemente AA) o la espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas (MP-AES). La MP-AES permite medir 70 elementos, mientras que la AAS de llama puede medir 67. Si tiene que medir S, Ce o Th, MP-AES es la mejor opción de las dos. Sin embargo, hay elementos que no pueden medir ni la AAS ni la MP-AES.

¿Tiene que medir estos elementos?

Si la lista de elementos que desea medir incluye: Cl, I o los elementos radiactivos Tc o Pm, entonces la ICP-OES es la mejor opción, pues ni la AAS ni la MP-AES pueden medir estos elementos. Tenga en cuenta que, si tiene que medir niveles bajos de estos elementos (<20 ppm de Cl o <200 ppm de I) o si la lista de elementos que desea medir incluye Br, los elementos radiactivos Np, Pu, Am o Ra, o cualquiera de los elementos actínidos oscuros (Ac, Bk, Cf, Cm, Pa, Po), entonces la ICP-MS será la única opción. Sin embargo, el elevado coste de un instrumento de ICP-MS supone que normalmente no se podrá justificar para medir un número reducido de muestras con concentraciones entre medias y altas de elementos que se pueden medir con la AAS de llama, MP-AES o ICP-OES.

Diferencias entre MP-AES, ICP-OES y AAS de llama

La AAS de llama es el instrumento de menor coste. Tanto la MP-AES como la AAS de llama presentan tiempos similares para la medida de muestras, siempre que se utilice el [modo secuencial rápido de Agilent](#) en AAS. Un instrumento de ICP-OES es más caro, pero mide las muestras mucho más rápido que la AAS de llama o la MP-AES. La ICP-OES sería la mejor opción si el número de muestras o el número de elementos que se van a medir probablemente se vayan a incrementar.

La MP-AES presenta el menor coste operativo y no emplea gases inflamables. Puede funcionar sin supervisión y resulta idónea para ubicaciones remotas, donde se puede usar con un generador de nitrógeno, por lo que solo necesita una fuente de alimentación (no requiere suministro de gas).



Ventajas de la AAS de llama

La FAAS es ideal para aquellos laboratorios que:

- Utilizan métodos de FAAS regulados. Normalmente, son aplicaciones medioambientales y alimentarias.
- Desean utilizar métodos estándar. Como la FAAS lleva usándose mucho tiempo, existen muchos métodos muy bien documentados.
- Desean medir pocos elementos un par de veces a la semana.



Ventajas de la MP-AES

La MP-AES resulta ideal si:

- Tiene un mayor número de muestras. Se puede dejar sin supervisión por la noche, con un muestreador automático, para completar un lote de gran tamaño.
- Desea reducir los costes de consumibles y suministro de gas en comparación con la FAAS.
- Tiene que medir S, Ce o Th.
- El laboratorio se encuentra en una planta petroquímica o en otro lugar donde no se permita una llama desnuda.
- La manipulación de cilindros de gases o el uso de gases inflamables representa un riesgo inaceptable para la seguridad.



Ventajas de la ICP-OES

La ICP-OES resulta ideal si:

- Desea emplear métodos de ICP-OES regulados. Se encuentran con mayor frecuencia en aplicaciones medioambientales y alimentarias.
- Tiene que medir Cl o I.
- Es probable que vaya a aumentar el número de muestras o el número de elementos que tiene que medir.
- La concentración de los elementos de la muestra es probable que disminuya, precisándose unos límites de detección más bajos.
- Le gustaría usar el instrumento sin supervisión por la noche, empleando un muestreador automático.



¿Va a medir pocos elementos en concentraciones moderadamente bajas (entre decenas de ppb y pocas ppm) en un número de muestras reducido?

Para aquellos laboratorios que midan pocos elementos en niveles moderadamente bajos (más de 10 ppb) en un número reducido de muestras al día, existen tres opciones: **Análisis en horno de grafito** (denominado GFAAS o AAS de cámara de grafito) y las dos técnicas de plasma acoplado inductivamente: **espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)** o **espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)**.

Elegir una u otra dependerá de los elementos que tenga que medir. La ICP-MS puede medir 86 elementos, ICP-OES, 74, y el horno de grafito, 48. Los elementos habituales que no puede medir GFAAS son Br, C, Ce, Cl, F, Gd, Hf, Ho, I, La, Lu, Nb, Nd, Os, Pr, Re, S, Sc, Sm, Ta, Tb, Th, Tm, U, W, Y y Zr. De forma similar, la ICP-OES no puede medir C, F, Cl, Br o I, por lo que, si es necesario medir alguno de estos elementos, necesitará ICP-MS. Incluso con ICP-MS, los límites de detección para C son mediocres, mientras que F precisa de un abordaje de ICP-QQQ especial. La sección [¿Qué elementos tiene que medir?](#), más arriba, ofrece información sobre los elementos que puede medir cada técnica.

La GFAAS tiene el precio y los costes operativos más bajos de las tres técnicas, pero GFAAS mide cada elemento de forma independiente, llevando la medida de cada elemento de 2 a 3 minutos, en función del elemento. Esto supone que la medida de cinco elementos con tres réplicas de cada muestra requerirá aproximadamente entre 30 y 40 minutos por muestra (5 elementos x 3 réplicas x 2 minutos por réplica) con la GFAAS. En consecuencia, un instrumento de GFAAS puede realizar aproximadamente 240 medidas por triplicado en 24 horas. Esto puede ser 1 elemento en 240 muestras, 4 elementos en 60 muestras o 10 elementos en 24 muestras.

Un instrumento de ICP-MS es más caro de comprar y de usar, pero proporciona un análisis multielemental rápido, tiene un rango dinámico lineal mucho más amplio y sufre menos interferencias. La ICP-MS mide todos los elementos en una adquisición de 2 a 3 minutos por muestra, por lo que resulta mucho más rápido que el horno de grafito. Si el número de muestras o el número de elementos es probable que vaya a aumentar, o si las concentraciones que tiene que medir podrían reducirse (debido a cambios normativos, por ejemplo), la mejor opción es la ICP-MS.

De las dos técnicas de plasma acoplado inductivamente, el instrumento de ICP-OES cuesta menos que el de ICP-MS. La ICP-OES también presenta el tiempo más corto para la medida de las muestras, pudiendo medir múltiples elementos hasta en 2.500 muestras al día. La ICP-OES es una buena opción si es probable que su carga de muestras vaya a aumentar en buena medida o si el número de elementos se va a incrementar, pero las concentraciones que tiene que medir no van a reducirse. La ICP-OES no puede medir los mismos niveles de concentraciones inferiores a las ppb que sí miden la GFAAS o la ICP-MS.

Tanto la GFAAS como la ICP-MS requieren un nivel de conocimientos y destrezas razonable para su uso, aunque los métodos regulados estándar se pueden automatizar. La ICP-OES es más sencilla de usar. Todas estas técnicas pueden utilizarse sin supervisión, por lo que se puede cargar un muestreador automático y dejar que el instrumento complete el análisis. Los laboratorios de control de calidad que necesitan medir los mismos elementos en unas pocas muestras al día suelen seleccionar la GFAAS. Sin embargo, si el laboratorio se está ampliando y desea asegurarse de poder gestionar cargas de muestras superiores en el futuro, cualquiera de las técnicas de plasma acoplado inductivamente puede proporcionar la cobertura para más elementos y el mayor número de muestras analizadas que se necesitan para crecer.



Ventajas del horno de grafito

La GFAAS resulta ideal para aquellos usuarios que:

- Necesitan una cuantificación en el nivel de trazas donde la carga de muestras y elementos es de aproximadamente 240 medidas al día (p. ej. cuatro elementos en 60 muestras). Aquí se han supuesto tres réplicas para cada medida.
- Solo tienen que medir unos pocos elementos.
- Tienen unos volúmenes de muestras muy reducidos.
- Saben el rango de concentración aproximado de los analitos y saben que la concentración no va a variar significativamente de una muestra a otra.
- Tienen un presupuesto reducido y desean minimizar tanto el precio del instrumento como los costes de funcionamiento.



Ventajas de la ICP-MS

La ICP-MS resulta ideal para aquellos usuarios que:

- Necesitan analizar múltiples elementos en niveles por debajo de 10 ppb o es probable que necesiten este rendimiento en el futuro (debido a un cambio normativo, por ejemplo).
- Necesitan una combinación de límites de detección bajos, análisis multielemental y un alto número de muestras analizadas.
- Analizan elementos que incluyen algunos que solo se pueden medir con ICP-MS (como Br o I).
- Necesitan combinar el análisis elemental con otras técnicas tales como cromatografía de líquidos o de gases para separaciones cromatográficas o ablación láser para muestras sólidas directas.



Ventajas de la ICP-OES

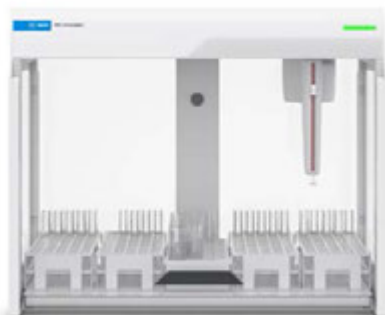
La ICP-OES resulta ideal para aquellos usuarios que:

- Siempre van a medir todos los analitos con muchas ppb o en niveles superiores.
- Podrían tener un gran aumento en el número de muestras (más de 1.200 muestra al día). En estos casos, necesitarán la velocidad de la ICP-OES, que requiere menos de un minuto para medir la concentración de hasta 74 elementos en una muestra.
- Tienen que medir muestras con niveles muy elevados (porcentuales) de sólidos totales disueltos (TDS) o sólidos suspendidos. La ICP-MS puede medir estas muestras, pero es más sencillo analizarlas de forma rutinaria con ICP-OES.

Otros componentes que podría necesitar

Otros componentes que podría necesitar

Además del instrumento, es posible que necesite accesorios que mejoren la productividad o la sensibilidad. También existen accesorios que sirven de ayuda a la hora de medir determinados tipos de muestras o elementos.



Muestradores automáticos

Un muestrador automático permite que un instrumento mida un lote de muestras sin supervisión. La sonda del muestrador automático extraerá la muestra de cada tubo por turnos, lavándose entre un tubo y otro. Se recomienda el uso del muestrador automático si se tienen lotes de muestras de más de 100 muestras o si los analistas tienen que controlar varios instrumentos.



Bombas de introducción de muestras

El sistema de bombas de introducción de muestras (SIPS) de Agilent, un accesorio para AA de llama, automatiza la preparación de patrones, la dilución de las muestras y la adición de otras soluciones a cada muestra, como modificadores y patrones internos. El accesorio SIPS resulta ideal si se desean reducir las tareas manuales de preparación de muestras, que consumen mucho tiempo e introducen errores.



Válvulas de conmutación

Las válvulas de conmutación aumentan la productividad y reducen el consumo de gas en instrumentos de ICP-OES o ICP-MS. Las válvulas funcionan precargando la siguiente muestra en la válvula mientras que el instrumento mide la muestra anterior. Se recomienda una válvula de conmutación si se miden habitualmente números elevados de muestras. La válvula se amortizará sola al reducir la cantidad de argón que se consume.



Generación de hidruros

Se puede utilizar un accesorio de generación de hidruros con la mayoría de las técnicas de espectroscopia atómica con el fin de medir mercurio y elementos formadores de hidruros (como As, Bi, Ge, Pb, Sb, Se, Sn y Te) en niveles de ppb. El accesorio controla la reacción química requerida para formar hidruros.

En los instrumentos de ICP-OES y MP-AES de Agilent se puede usar un sistema de introducción de muestras multimodo (MSIS) para cambiar rápidamente entre el modo de generación de vapor y el modo de nebulizador normal sin necesidad de cambiar ningún dispositivo.



Cámara de nebulización con control de temperatura

Se recomienda el uso de una cámara de nebulización con control de temperatura, como Agilent IsoMist, para medir muestras de aceites viscosos o muestras que contengan disolventes orgánicos volátiles. Tenga en cuenta que todos los instrumentos de ICP-MS e ICP-QQQ llevan de serie una cámara de nebulización con control de temperatura.



Nebulizador ultrasónico

Se emplea un nebulizador ultrasónico (como el mostrado aquí, de [CETAC Technologies](#)) con los instrumentos de ICP-OES para mejorar la sensibilidad y la estabilidad de las medidas en aplicaciones de uso medioambiental.

Instrumentos de espectroscopia atómica de Agilent

El valor del conocimiento

Agilent ha creado una innovadora gama de espectroscopia atómica (que abarca instrumentos, consumibles, patrones, servicios, software, etc.) para llevar confianza a su laboratorio, confianza en que obtendrá las respuestas que busca, cuando las necesite. Nuestra gama de instrumentos incluye:



[AA de llama y por horno de grafito](#)



[MP-AES](#)



[ICP-OES](#)



[ICP-MS](#)



[ICP-QQQ](#)

Para obtener más información:
www.agilent.com/chem/atomic

Tienda on-line:
www.agilent.com/chem/store

Obtenga respuestas a sus preguntas técnicas
y acceda a recursos en la Comunidad Agilent:
community.agilent.com

España
901 11 68 90
customercare_spain@agilent.com

Europa
info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico
inquiry_lsca@agilent.com

DE44444.6577546296

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc., 2021
Publicado en EE. UU., 1 de noviembre de 2021
5994-4048ES

