

¿Tiene que medir muestras de ICP-OES más de una vez?

Cómo evitar perder tiempo con la repetición de medidas



La historia de Luke

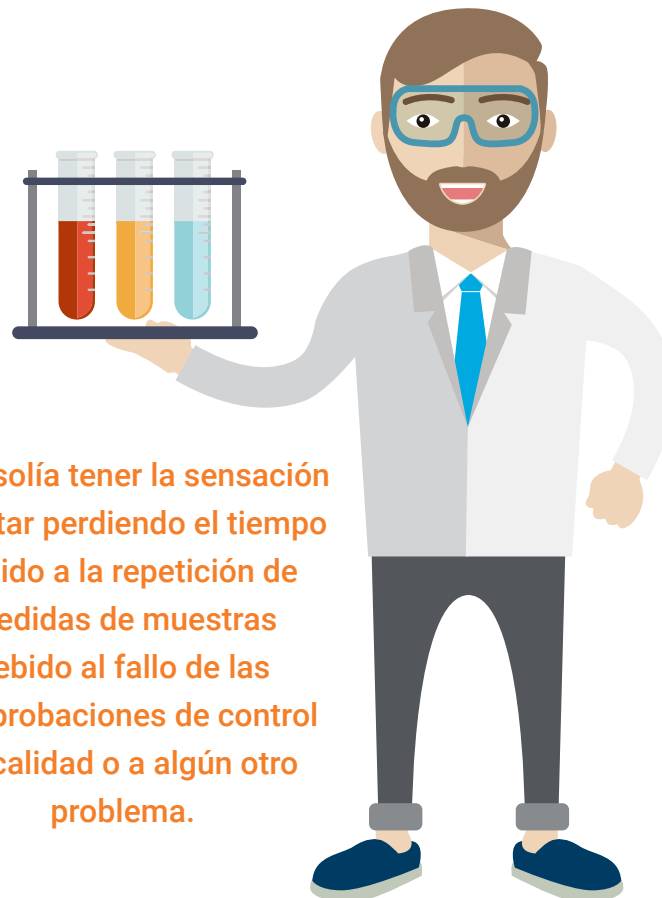
Luke (no es su nombre real) era un analista de Always Right Labs. Su trabajo incluía analizar muestras en un sistema ICP-OES, así como usar un sistema GC y realizar otras tareas en el laboratorio. Luke tenía un par de años de experiencia, pero no se consideraba un experto en ninguna de ambas técnicas. Habitualmente, solicitaba ayuda a uno de los analistas con más experiencia si tenía problemas con alguno de los instrumentos.

El laboratorio analizaba muestras para distintos clientes: desde empresas de alimentación que precisaban un control de calidad de sus productos hasta un organismo de la administración local que requería análisis de muestras de agua. La empresa se enorgullecía de proporcionar a sus clientes resultados precisos con puntualidad. Estos clientes usaban los resultados para verificar si sus productos cumplían las especificaciones y liberarlos (o no) para el consumo. La comunicación de resultados incorrectos podría haber perjudicado enormemente la reputación de Always Right Labs.

Luke seguía todas las prácticas estándar de control de calidad. Preparaba las muestras y los patrones cuidadosamente para evitar la contaminación y la introducción de errores. Sin embargo, a pesar de sus esfuerzos, con frecuencia tenía que repetir medidas de muestras. Los problemas se debían a fallos en las comprobaciones de control de calidad, a errores durante el análisis o a que los resultados de algunas muestras no parecían correctos. Algunos días, Luke tenía que repetir las medidas de hasta el 20 % de las muestras. En ocasiones, incluso realizaba una comprobación cruzada de los resultados analizando las muestras mediante otra técnica, como la ICP-MS. Esto resultaba estresante y laborioso; a menudo, se veía obligado a hacer horas extras. También demoraba la comunicación de los resultados a los clientes, algo que lógicamente no les agradaba.

A Luke le encantaría reducir el número de veces que tiene que repetir medidas de muestras. Así podría dedicar ese tiempo a otras cosas que añadieran más valor a su trabajo.

Por suerte para Luke, existen formas de mejorar la fiabilidad de su proceso analítico. Este libro electrónico indica las causas más frecuentes que obligan a repetir medidas de muestras y el modo de evitarlas.

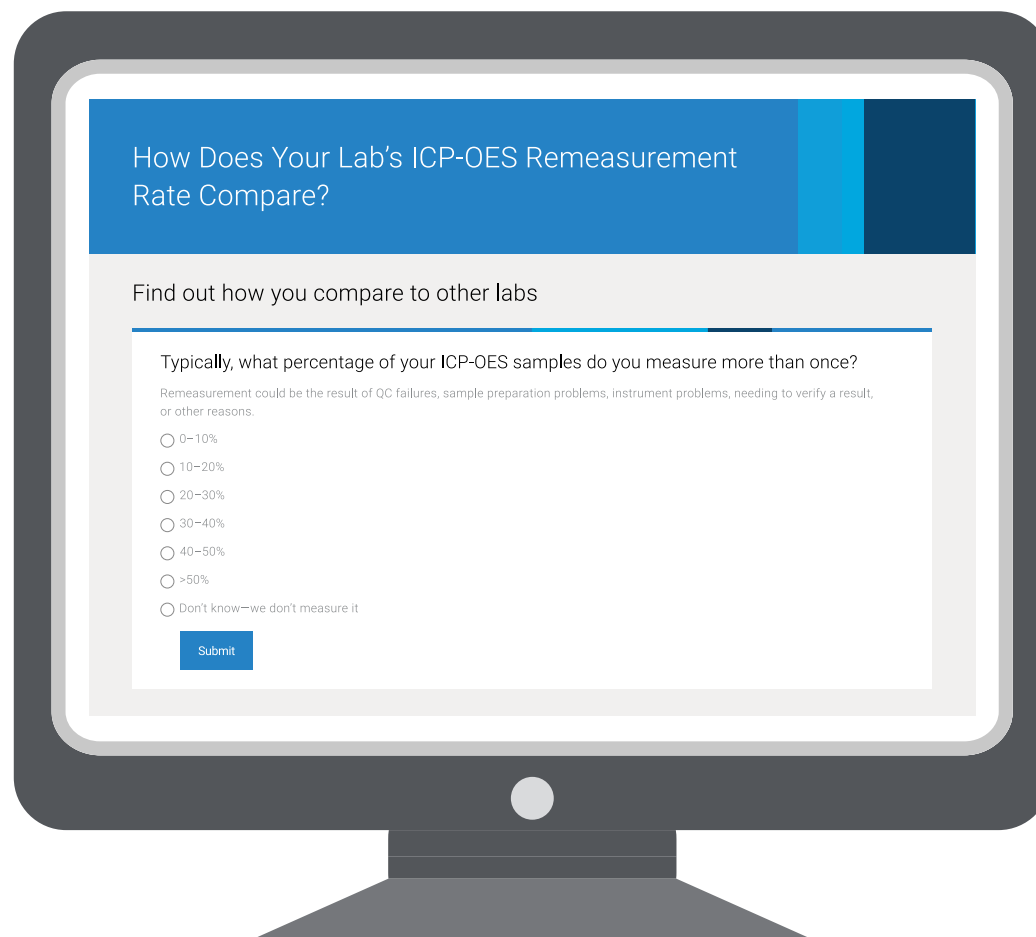
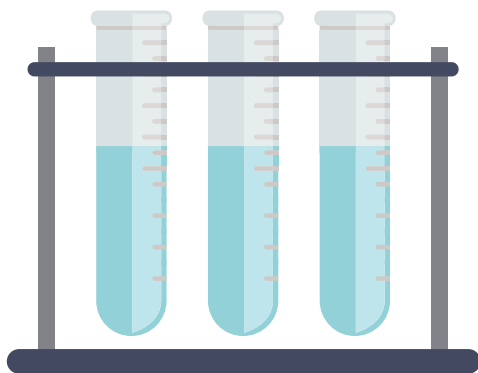


Luke solía tener la sensación de estar perdiendo el tiempo debido a la repetición de medidas de muestras debido al fallo de las comprobaciones de control de calidad o a algún otro problema.

¿Cuántas medidas de muestras se repiten en los laboratorios?

En una encuesta on-line realizada en 2019, más de 200 encuestados indicaron el porcentaje de muestras de ICP-OES que medían más de una vez.

Los encuestados afirmaron que, de media, repetían la medida del 15 % de las muestras. Curiosamente, más del 15 % de los encuestados no contaban las veces que repetían las medidas de muestras, por lo que no sabían el tiempo que perdían ni cuánto les costaba este problema.



¿Cuánto cuesta repetir las medidas de las muestras de ICP-OES?

La mayor parte de los laboratorios conocen el coste del tiempo de inactividad de los instrumentos, cuando una avería o un mantenimiento programado impiden analizar muestras. Pero, ¿cuál es el coste de repetir medidas de muestras?

Un fallo de control de calidad durante la ejecución de un método regulado o creado en el laboratorio puede obligar a repetir la calibración, realizar una comprobación del rendimiento del instrumento, analizar un blanco y después repetir el análisis de, como mínimo, las diez últimas muestras. Para muestras más complejas, es probable que la repetición del análisis suponga repetir la digestión de la muestra, así como el análisis por ICP-OES.

“La mayor parte de los laboratorios conocen el coste del tiempo de inactividad. Pero, ¿qué sucede con el coste de la repetición de medidas de muestras?”

Este reprocesamiento conlleva diversos costes:

Costes evidentes:

Consumibles de laboratorio (incluido el argón), electricidad y reactivos
Salarios del personal

Costes menos evidentes:

Pérdida de oportunidades de analizar otras muestras que generen ingresos

Mayor rotación del personal por la insatisfacción laboral y por tener que hacer horas extras

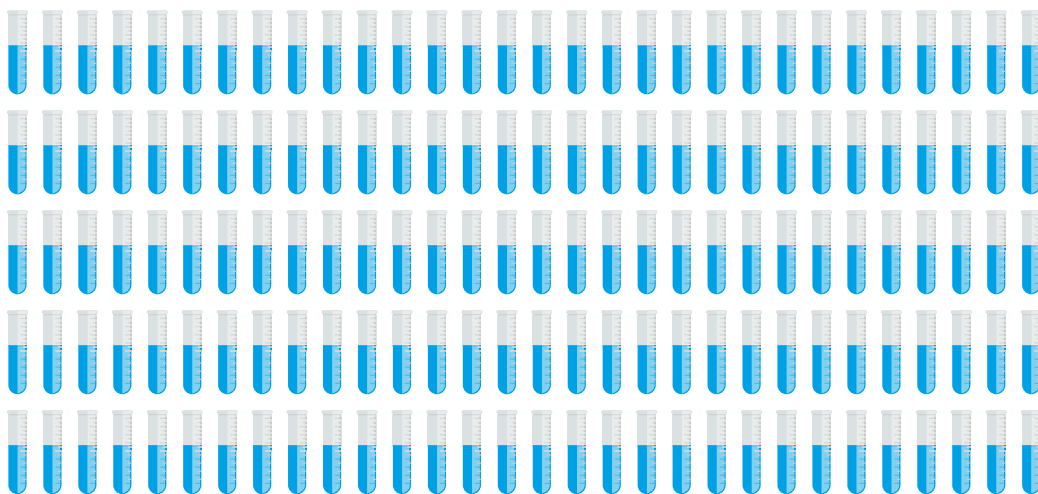
Pérdida de reputación, o incluso de clientes, debido a retrasos o errores en los resultados



Cálculo del impacto que supone repetir medidas de muestras

250

Muestras por semana



15 %

de repetición de medidas por algún motivo (es decir, 38 muestras por semana).



2,5 minutos

para medir una muestra por ICP-OES es lo habitual usando un instrumento rápido.

38 muestras x 2,5 minutos =



95 minutos



Al cabo del año, esto supone 82 horas: ¡dos semanas de trabajo!

Como puede ver en el ejemplo, el coste de la repetición de medidas de muestras puede ser importante.

Causas más frecuentes que obligan a repetir medidas de muestras y modos de evitarlas

Existen muchos motivos que pueden hacer necesario repetir la medida de una muestra. Por ejemplo, una confusión con la muestra o un error durante la medida. Puede que solamente detecte que ha habido un problema si falla la solución de control de calidad o comprueba los resultados y observa algo extraño. Independientemente del motivo, repetir medidas de muestras resulta laborioso, estresante y costoso.

Las causas por las que hay que repetir medidas de muestras habitualmente se agrupan en dos categorías: **problemas relacionados con el instrumento** y **problemas relacionados con las muestras**. Los problemas relacionados con las muestras incluyen desde la digestión y preparación de muestras hasta problemas con la matriz de la muestra o confusiones con las muestras.

A continuación, indicamos el modo de evitar las causas más frecuentes que obligan a repetir medidas de muestras, para que no tenga que desperdiciar tiempo.

Soluciones de control de calidad

¿No está familiarizado con las soluciones de control de calidad?

¿No conoce cuál es el patrón interno de su solución de comprobación del rendimiento del instrumento? Las definiciones de estos términos se incluyen en la página 5 del método 200.7 de la Agencia de Protección del Medio Ambiente (EPA) de EE. UU., disponible [aquí](#), y en el método 6010c de la EPA, disponible [aquí](#)



Problemas relacionados con el instrumento

1. Obstrucciones del nebulizador

Problemas y causas

En una solución acuosa puede haber partículas finas indetectables a simple vista, pero capaces de obstruir un nebulizador. Las obstrucciones también pueden deberse a la deposición de partículas de sales en la punta del nebulizador. Ambos tipos de partículas podrían obstruir total o parcialmente el tubo capilar de la punta de un nebulizador concéntrico de vidrio. Estas obstrucciones provocan muchos problemas de rendimiento que, inevitablemente, obligan a repetir medidas de muestras.

Un síntoma habitual de una obstrucción parcial del nebulizador es un resultado con deriva para una solución de verificación de calibración continua (CCV). Por lo general, la solución CCV se monitoriza periódicamente a lo largo de un análisis.

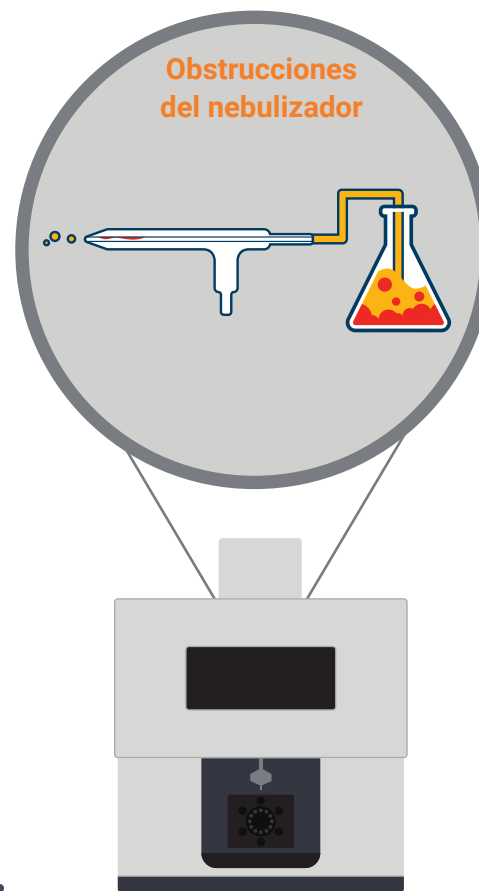
Una obstrucción total del nebulizador provoca una ausencia total de señal, por lo que es fácil de diagnosticar, dado que no se generará ningún resultado.

Para evitar tener que repetir medidas de muestras debido a la obstrucción del nebulizador, es necesario observar tanto los resultados de CCV como los resultados de las muestras durante la realización del análisis.

Posibles soluciones

Si sufre con frecuencia obstrucciones del nebulizador, considere realizar estas acciones:

- Filtrar o centrifugar las muestras.
- Ajustar la profundidad de la sonda del muestreador automático de forma que penetre una distancia pequeña en la solución. Esto minimizará la posibilidad de que la sonda succione las partículas sedimentadas en el fondo del tubo de ensayo.
- Cambiar el tipo de nebulizador que utiliza por otro cuya línea de muestra tenga un diámetro interno más grande.
- Utilizar un humidificador de argón para mantener húmeda la punta del nebulizador. Si la punta está húmeda, no se depositarán sólidos en el extremo del nebulizador. Esto reducirá las obstrucciones debidas a soluciones con un alto contenido de sólidos disueltos totales (TDS).



2. Problemas con la antorcha

Problemas y causas

La repetición de medidas de muestras puede deberse a problemas resultantes de un mantenimiento deficiente de la antorcha del instrumento. La aspiración de muestras con alto contenido de matriz, como soluciones de 100 g/l, puede provocar depósitos cristalinos en el inyector de la antorcha. Estos depósitos pueden obstruir parcialmente el inyector de la antorcha y reducir la señal. Si se monitorizan diversas soluciones de control de calidad, la deriva descendente de la señal es un síntoma de que podría existir una obstrucción en la antorcha.

Las diferentes soluciones de control de calidad podrían indicar esta señal con deriva de las formas siguientes:

- La monitorización frecuente de un material de referencia certificado (CRM), incluido en una solución de control de calidad de la muestra de control del laboratorio, mostrará recuperaciones cada vez más pequeñas. La deriva de la señal también puede observarse como una reducción en la relación del patrón interno.

- Una mala (baja) recuperación para las soluciones de comprobación de control de calidad, como las soluciones de verificación de calibración continua (CCV), también es un signo de deriva de la señal.

Posibles soluciones

Si el instrumento deja de generar las mismas lecturas para las soluciones de calibración, eso significa que se ha producido deriva y es probable que haya una obstrucción. Las antorchas horizontales experimentan este fenómeno con mayor frecuencia. Las antorchas verticales son más inmunes a él. El uso de una antorcha con un inyector de diámetro más ancho puede evitar las obstrucciones.

La realización de pruebas automatizadas de rendimiento del instrumento al inicio de cada jornada que indiquen si el resultado es correcto o incorrecto a partir de valores definidos por el fabricante resaltarán los posibles problemas de sensibilidad. Si se supera la prueba de sensibilidad utilizando la solución adecuada, eso indicará que la antorcha está limpia y que se ha montado e instalado correctamente.

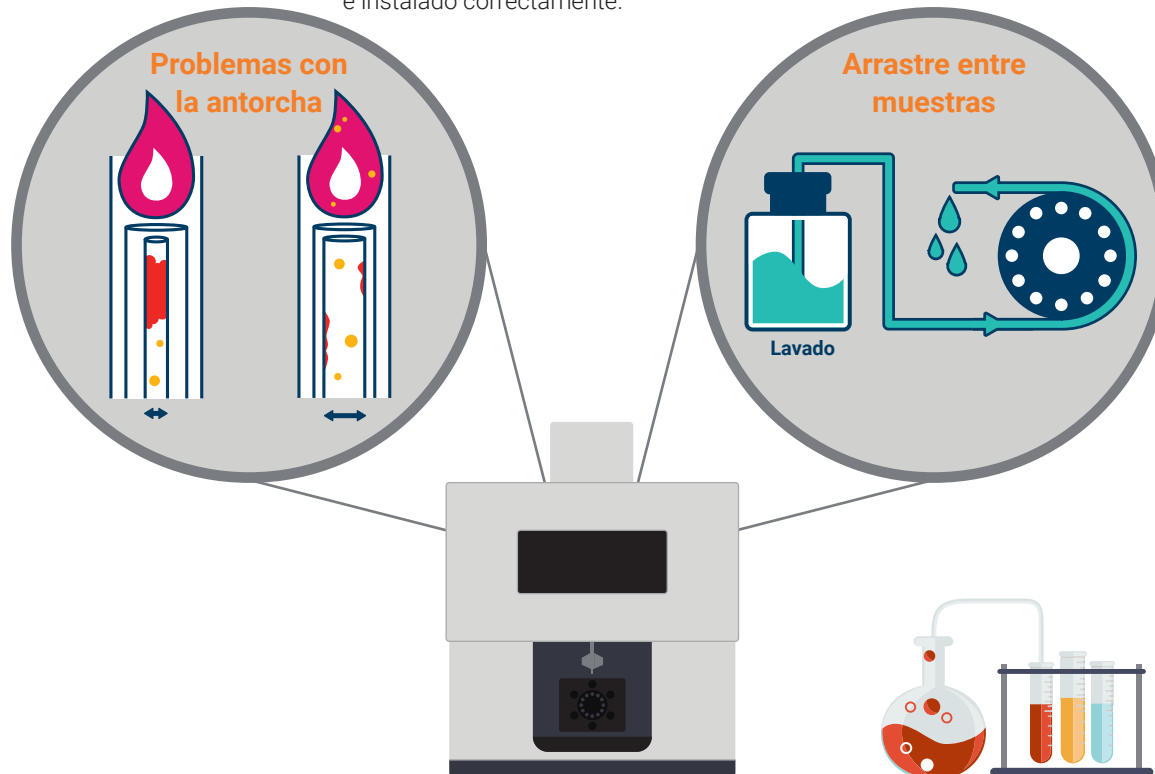
3. Arrastre entre muestras

Problemas y causas

Un contenido de matriz inesperadamente alto en el lote de muestras puede provocar la contaminación de la muestra siguiente debido al arrastre de elementos de alta absorción o "pegajosos" (por ejemplo, B, Mo o W). Esta contaminación puede provocar un resultado erróneamente alto.

Posibles soluciones

La monitorización periódica de un blanco de calibración continua durante todo el análisis ayudará a identificar la contaminación inesperada por arrastre. Sin embargo, este planteamiento tiene una baja probabilidad de detectar todos los problemas provocados por el arrastre a menos que se incluya en la secuencia con una elevada frecuencia. El lavado durante un tiempo determinado automáticamente ofrecerá protección frente a la contaminación por arrastre para cada muestra.



4. Instrumento fuera de especificaciones

Problemas y causas

Si se producen una avería en el instrumento o el fallo de algún suministro (p. ej., argón o agua refrigerada), el rendimiento analítico se verá afectado. Esta situación puede afectar a la sensibilidad, la precisión y el rango dinámico lineal de los resultados, así como a otros parámetros de rendimiento.

Estos problemas pueden ser difíciles de resolver. Podría verse obligado a repetir las medidas de muchas muestras antes de descubrir la causa del problema.

Posibles soluciones

Para evitar tener que repetir medidas de muestras debido a problemas con el instrumento, realice siempre una prueba automatizada de rendimiento del instrumento antes de iniciar los análisis cada jornada.

5. Ajustes incorrectos del método

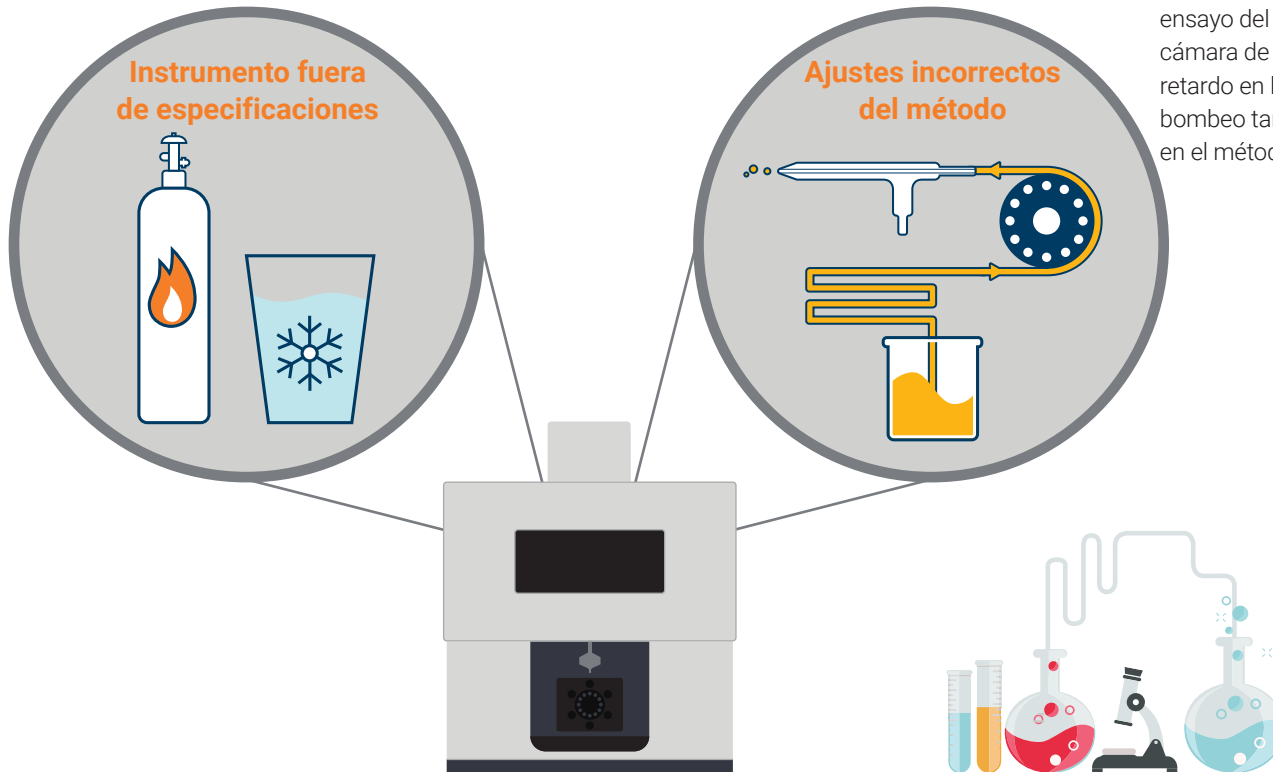
Problemas y causas

Los ajustes del método del instrumento (flujos de gas, potencia de RF, velocidad de bombeo, tiempo de retardo, etc.) pueden afectar drásticamente a los resultados. Por ejemplo, una potencia de RF y unos flujos de gas argón inadecuados en el plasma pueden provocar una temperatura incorrecta del plasma. No se excitarán todos los átomos e iones de la muestra, lo que reducirá la emisión y la sensibilidad. Esto afectará a la precisión de las medidas de analitos a nivel de trazas. En ocasiones, la precisión caerá fuera del umbral del laboratorio; si esto sucede, habrá que repetir medidas de muestras, con la consiguiente pérdida de tiempo.

Posibles soluciones

Para evitar estas situaciones, analice un material de referencia certificado (CRM) introducido en la secuencia como muestra de control del laboratorio (LCS). Trate siempre de incluir un CRM con una matriz similar a la de las muestras como parte del proceso de desarrollo de métodos. Asimismo, intente conseguir buenas recuperaciones a nivel de trazas cuando mida el CRM (suponiendo que los niveles de trazas estén dentro de las especificaciones del fabricante del instrumento). Si no puede conseguir buenas recuperaciones a nivel de trazas, se precisará una optimización adicional del método.

La velocidad de bombeo de muestra o el tiempo de retardo del método pueden evaluarse monitorizando la precisión de una solución de control de calidad. Compruebe ambos parámetros antes de comenzar un análisis. Para comprobar si la velocidad de bombeo y el tiempo de retardo en la toma de muestras son correctos, inicie manualmente la bomba con la velocidad alta de bombeo y verifique cuánto tarda la solución en ir desde el tubo de ensayo del muestreador automático hasta la cámara de nebulización. El tiempo medido será el retardo en la toma de muestras. La velocidad alta de bombeo también deberá insertarse manualmente en el método.



6. Ventanas de la preóptica sucias

Problemas y causas

Las ventanas de la preóptica son las ventanas de vidrio existentes entre la cámara de la antorcha y la cámara de soporte de los componentes ópticos del instrumento. La acumulación de contaminación en las ventanas reduce la cantidad de luz emitida que pasa a la óptica y al detector. Las ventanas de la preóptica sucias reducen la sensibilidad,

lo que provoca una pérdida de precisión y puede obligar a repetir medidas de muestras, en particular de aquellas con analitos a nivel de trazas. La monitorización de la precisión de los resultados de la muestra de control de calidad permitirá identificar este problema. Sin embargo, existen numerosos problemas de rendimiento analítico que reducen la precisión de los resultados. Por ello, es difícil señalar una causa.

Posibles soluciones

Incluya la limpieza de las ventanas de la preóptica en el programa de mantenimiento periódico del instrumento. La realización de pruebas automatizadas de rendimiento del instrumento a diario también permitirá detectar posibles pérdidas de sensibilidad del instrumento.

7. Problemas con los tubos de muestra: conexiones con fugas, burbujas o tensión incorrecta

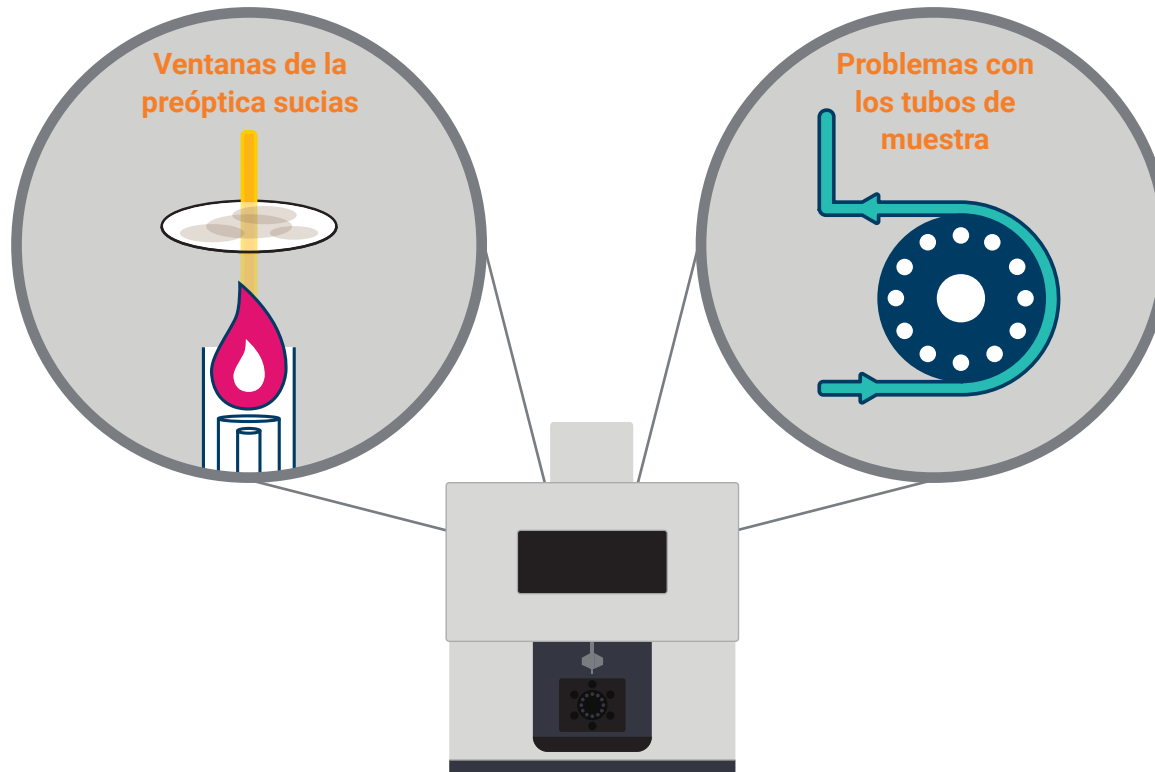
Problemas y causas

Si los tubos de la bomba peristáltica presentan fugas o están desgastados o mal ajustados, eso reducirá la precisión de los resultados. La precisión puede monitorizarse con soluciones de control de calidad, pero estas suelen analizarse cada 30 o 40 minutos. Esperar a un resultado incorrecto de una solución de control de calidad para solucionar un problema es una pérdida de tiempo, puesto que solo detectará el fallo después de entre 30 y 40 minutos.

Posibles soluciones

El mantenimiento rutinario periódico evita la aparición de problemas en los tubos de la bomba peristáltica. Es importante comprobar la elasticidad, redondez, conexión y tensión de los tubos al principio de cada jornada o cuando lo indique el procedimiento operativo estandarizado. Desacoplar los tubos de la bomba peristáltica al final de la jornada también contribuirá a alargar su vida útil. Estas comprobaciones pueden reducir el riesgo de tener que repetir medidas de muestras debido a problemas en los tubos de la bomba. También le evitará perder tiempo mientras espera a que se acondicionen los nuevos tubos de la bomba.

De nuevo, realizar pruebas automatizadas de rendimiento del instrumento en los análisis del principio de cada jornada determinará si la precisión de los resultados supera las especificaciones del fabricante.



8. Cámara de nebulización sucia o contaminada

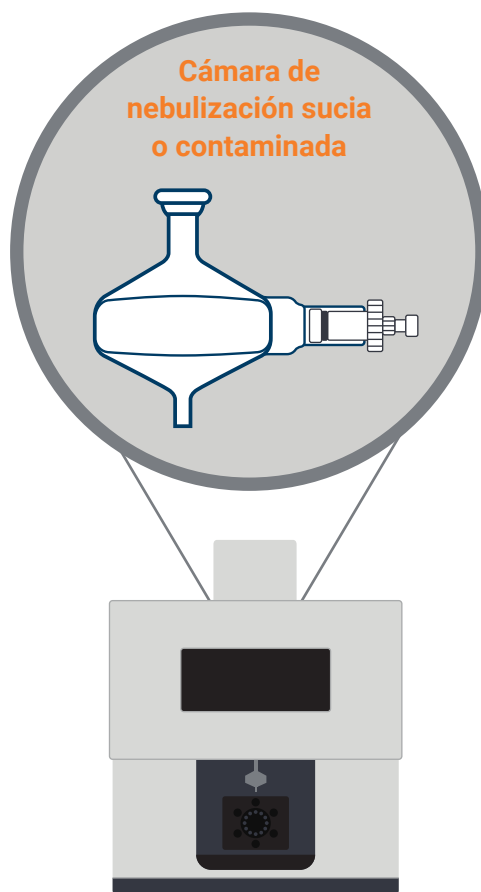
Problemas y causas

Una cámara de nebulización sucia o contaminada produce un mal drenaje y una aspiración irregular del aerosol hacia el plasma. Para detectar este problema, observe cómo baja la solución por el interior de la cámara de nebulización. El líquido debe bajar por la cámara de nebulización como una película uniforme. Si bajan gotas en lugar de una película, eso significa que la cámara de nebulización está sucia.

Un mal drenaje debido a la presencia de suciedad en la cámara de nebulización reduce la precisión. La precisión se puede monitorizar mediante el uso de una solución de control de calidad o un patrón interno. El problema es que las soluciones de control de calidad suelen analizarse cada 30 minutos. Si identifica el problema debido a un resultado incorrecto de una solución de control de calidad, habrá perdido 30 minutos.

Posibles soluciones

Incluya la limpieza de la cámara de nebulización como parte de las tareas de mantenimiento rutinarias. Lleve a cabo también pruebas automatizadas de rendimiento del instrumento al principio de cada jornada. Esto determinará si la precisión de los resultados está fuera de las especificaciones del fabricante.



¿Cómo se limpia una cámara de nebulización?

Este vídeo proporciona información sobre la elección y limpieza de las cámaras de nebulización de ICP-OES:

www.agilent.com/en/video/spraychamber



Problemas relacionados con las muestras

1. Interferencias espectrales

Problemas y causas

En todo el rango de longitudes de onda de un sistema ICP-OES, existen decenas de miles de líneas elementales de emisión atómicas e iónicas. Las emisiones de elementos distintos de los analizados pueden provocar en ocasiones resultados erróneamente elevados. Esta situación sucede con frecuencia si se tiene una muestra totalmente desconocida. Esta muestra puede contener numerosos elementos "ocultos" que se pueden solapar con las líneas de emisión de los elementos que se estén midiendo. También podría haber concentraciones inesperadamente altas de los elementos que se estén midiendo, lo que provocará interferencias que afectarán a los resultados.

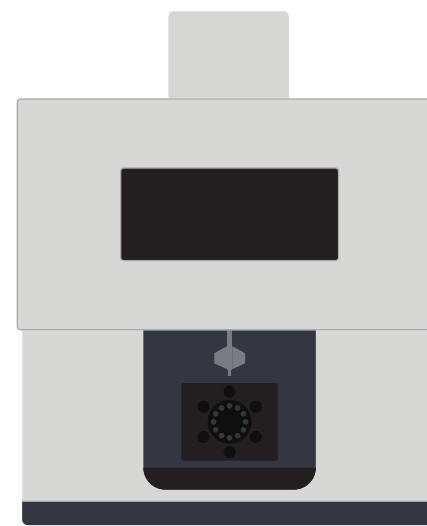
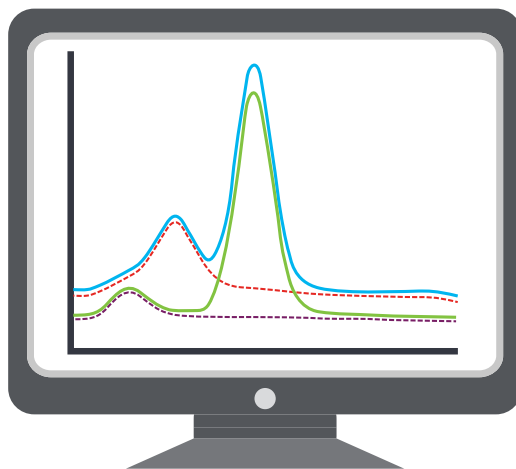
Posibles soluciones

Utilice los siguientes planteamientos para evitar que las interferencias espectrales creen problemas con los resultados.

- Si desconoce el contenido de una muestra, elija varias líneas de emisión para cada elemento que desee medir. Esta sencilla táctica es una excelente forma de realizar un control de calidad para identificar y evitar interferencias. Cuando obtenga resultados de concentración para varias longitudes de onda para un mismo elemento, compruebe que cada línea de emisión del elemento proporcione el mismo resultado. Una interferencia espectral desconocida puede provocar un resultado erróneamente elevado. Deberán rechazarse los valores atípicos de los resultados. De las longitudes de onda que presenten el

mismo resultado, tome el valor de aquella que tenga el mejor rendimiento analítico. El rendimiento analítico se indica mediante la precisión (es decir, un valor porcentual bajo de RSD), la sensibilidad (es decir, un valor SRBR maximizado) y la ausencia de interferencias espectrales evidentes que provoquen "hombros" (es decir, una forma de pico gaussiana suave del espectro).

- Si cree que existen problemas de interferencia espectral y conoce los elementos que provocan la interferencia, prepare soluciones y desarrolle factores de corrección interelemental (IEC) para compensar dicha interferencia.
- Una alternativa sencilla al desarrollo de factores IEC es desarrollar modelos de deconvolución espectral. Consulte la ayuda on-line del software para ICP-OES para averiguar cómo hacerlo.



2. Problemas de calibración

Problemas y causas

La preparación manual de patrones de calibración puede introducir errores. Estos errores provocarán la obtención de regresiones lineales incorrectas, lo que hará que la concentración calculada de las muestras desconocidas sea incorrecta. Algunas de las causas de los errores de calibración se deben a los siguientes problemas:

- Pipetas sin calibrar.
- Material de vidrio contaminado debido a una limpieza o inmersión inadecuadas.
- Contaminación cruzada de soluciones madre debido al pipeteo directo desde el envase. Decante siempre las soluciones madre en un tubo diferente y deseche la parte que no use.
- Selección accidental de una solución madre incorrecta al preparar un patrón multielemental a partir de soluciones madre de un solo elemento.
- No añadir o añadir dos veces un elemento necesario en un patrón multielemental.
- Soluciones madre que han superado su fecha de caducidad.
- Degradación de las soluciones madre o de los patrones debido a un almacenamiento inadecuado.
- Reactivos de mala calidad.
- Uso de un ácido incorrecto para la estabilización.

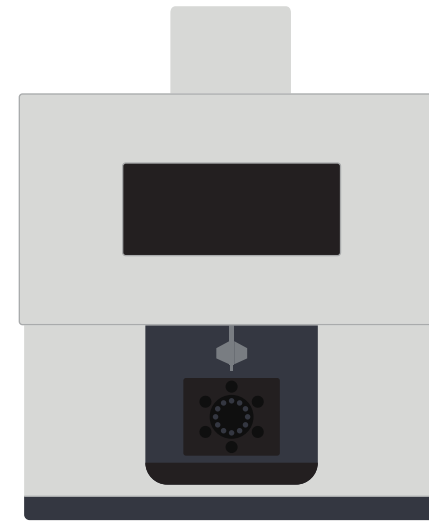
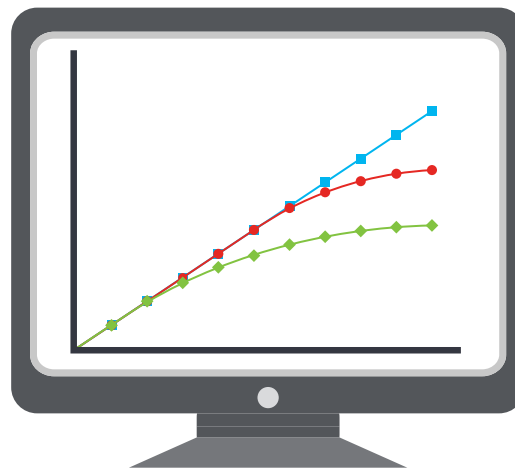
Posibles soluciones

Con el fin de garantizar la precisión de las calibraciones, haga lo siguiente:

- Compruebe siempre la precisión de los patrones de calibración midiendo una solución de verificación de la calibración inicial preparada a partir de una solución madre de otro proveedor.
- A la hora de crear patrones multielementales a partir de soluciones madre de un solo elemento, compruebe siempre los niveles de contaminación en el certificado de análisis (CoA) para asegurarse de que sean despreciables.
- Se recomienda usar patrones de calidad para ICP. Evite usar patrones de calidad para espectroscopia de absorción atómica, pues a menudo contienen mayores niveles de contaminación y pueden prepararse a partir de sales incompatibles con otros elementos.
- Los patrones de calibración que contengan ciertos elementos (Mo, Ti, Sb y Sn) deben prepararse con mayor frecuencia cuando se use ácido nítrico diluido como matriz. Esta práctica se recomienda debido a su menor estabilidad.
- Utilice un ajuste de calibración ponderado con el fin de mejorar la precisión para concentraciones bajas de analitos, en especial si va a medir un amplio rango de concentración.

Documentar las buenas prácticas de laboratorio en un procedimiento operativo estandarizado (SOP) puede ayudar a evitar muchos de los problemas asociados a la preparación incorrecta de soluciones de calibración. Entre las posibles soluciones a los problemas de calibración se incluyen las siguientes:

- Añadir un número de referencia a todas las pipetas, con un registro electrónico de las fechas de recalibración. Debe pegarse una pegatina con la fecha de recalibración en cada pipeta.
- Seguir un protocolo estricto y de eficacia demostrada en el laboratorio con respecto a la limpieza del material de vidrio tras su uso.
- Usar soluciones patrón madre multielementales para la preparación de soluciones de calibración.
- Registrar electrónicamente la fecha de caducidad de las soluciones madre, de modo que el sistema de calidad del laboratorio pueda activar el procedimiento de eliminación cuando se supere la fecha de caducidad.



3. Contaminación de blancos, patrones y muestras

Problemas y causas

Un indicador de la contaminación química de los blancos, patrones y muestras es la obtención de resultados incorrectos de control de calidad para el blanco de reactivo de laboratorio preparado de forma idéntica. Otros indicadores son la obtención de resultados deficientes para una muestra de control del laboratorio (LCS) o una comparación desfavorable con un duplicado de marcado de matriz (MSD).

La contaminación también podría deberse a distintas razones:

- Procedimientos de muestreo deficientes.
- Contaminación de reactivos.
- Inadecuada limpieza de los recipientes de digestión y almacenamiento.
- Problemas en el purificador de agua con calidad de laboratorio.

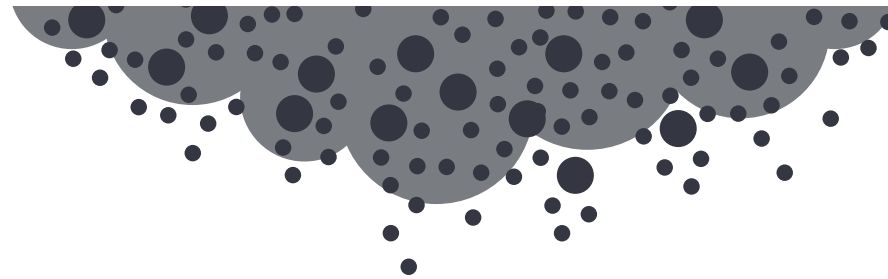
También es frecuente que se produzca arrastre en el sistema de introducción de muestras del instrumento de una muestra a otra. El arrastre suele darse si hay una elevada concentración de un elemento absorbente en una muestra. En tal caso, se observarán resultados erróneamente altos, inexactitud y baja precisión. Aparecerán elevados recuentos de emisiones para la primera réplica y recuentos menores para la segunda réplica, antes de que se establezca la señal.

Posibles soluciones

Para ayudar a identificar un problema de contaminación, analice periódicamente duplicados de muestras digeridas y preparadas de forma adecuada para detectar la contaminación. También puede comprobar la intensidad de la solución en blanco y comparar este valor con el de una solución en blanco analizada anteriormente. Si las lecturas son excesivamente altas, cambie la solución en blanco, pues es probable que esté contaminada.

Si una muestra se contamina por arrastre de una muestra anterior, aumente el tiempo de lavado entre muestras.

Para evitar la contaminación, asegúrese de que los SOP del laboratorio incluyan instrucciones sobre cómo tomar y preparar las muestras y sobre cómo limpiar el material de laboratorio. Después, solo tendrá que asegurarse de que se sigan los SOP.



4. Problemas y confusiones durante la preparación de muestras

Problemas y causas

La preparación incorrecta de una muestra ocasionará resultados erróneos. Es posible que haya olvidado incluir alguno de los ácidos antes de la digestión. Por ejemplo, es necesario usar HCl y HNO₃ para digerir metales del grupo del platino. También es posible que haya usado un ácido químicamente incompatible con los elementos que desee analizar. Por ejemplo, si añade H₂SO₄ a una muestra en la que vaya a analizar Ba o Pb, estos elementos precipitarán.

Posibles soluciones

Para identificar problemas en la preparación de muestras, incluya siempre una muestra de control del laboratorio (LCS) con una matriz similar a la de las muestras de interés en cada análisis. Asegúrese de que el material de referencia certificado se prepare del mismo modo que las muestras. De esta forma, tendrá una muestra con una concentración conocida que podrá usar para detectar problemas en la preparación de muestras.

Consejo:

Si usa HCl para el procedimiento de digestión de la muestra, incluya el cloro en el método de ICP. Esto le ayudará a resolver problemas. Por ejemplo, si no se detecta Cl, eso significa que alguien olvidó añadir HCl durante la preparación de la muestra.



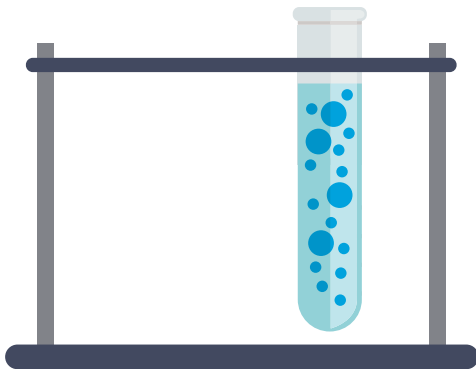
5. Muestras de matriz alta

Problemas y causas

Si hay numerosos elementos en una muestra, todos con concentraciones diferentes, pueden producirse interacciones complejas. Esto puede aumentar o reducir los valores de los resultados. Por ejemplo, unas concentraciones elevadas de elementos fácilmente ionizables (EFI), como metales alcalinos (Na y K) o incluso alcalinotérreos (Ca y Mg), pueden aumentar o reducir los valores obtenidos para otros analitos.

La rápida identificación de la presencia y la concentración aproximada de los metales alcalinos o alcalinotérreos en muestras desconocidas es importante antes del análisis. Este paso permite aplicar estrategias para adecuarse a concentraciones diferentes.

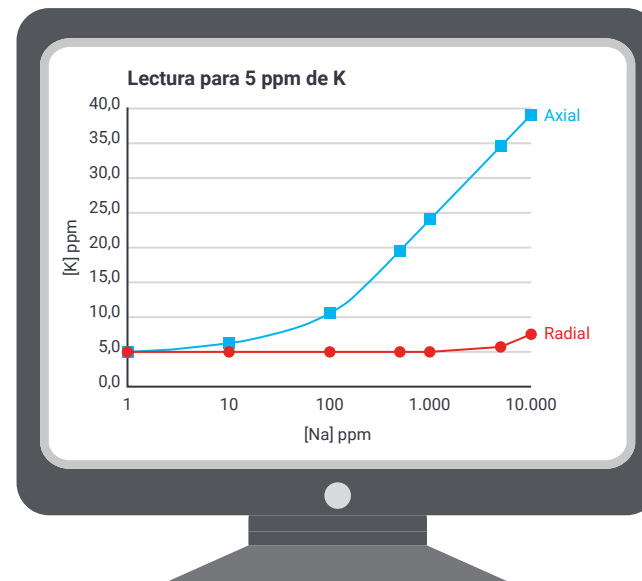
Unas bajas recuperaciones de los duplicados de marcado de matriz (MSD) son una buena forma de identificar si está teniendo lugar una interferencia provocada por EFI. Para la mayor parte de los analitos, dicha interferencia hará que se obtengan valores más bajos en los resultados. En el caso de los metales alcalinos y alcalinotérreos, los resultados serán más altos de lo que deberían.



Posibles soluciones

Algunas estrategias para evitar los efectos de los EFI son las siguientes:

- Inclusión de un patrón interno y activación de la corrección de patrón interno.
- Dilución de la muestra (es posible que con esto baste para volver a obtener buenas recuperaciones). Este consejo implica que los elementos de interés no deben diluirse por debajo del nivel mínimo detectable (MDL) del instrumento.
- Coincidencia de la matriz de los patrones de calibración y las muestras. Este método no siempre resulta sencillo en el caso de las muestras completamente desconocidas.
- Medida de la muestra usando una visión radial del plasma.



Según aumenta la concentración de Na en la muestra, empeora la recuperación de K. La influencia es más pronunciada cuando se visualiza el plasma en el modo de visión axial.

6. Muestras fuera de rango

Problemas y causas

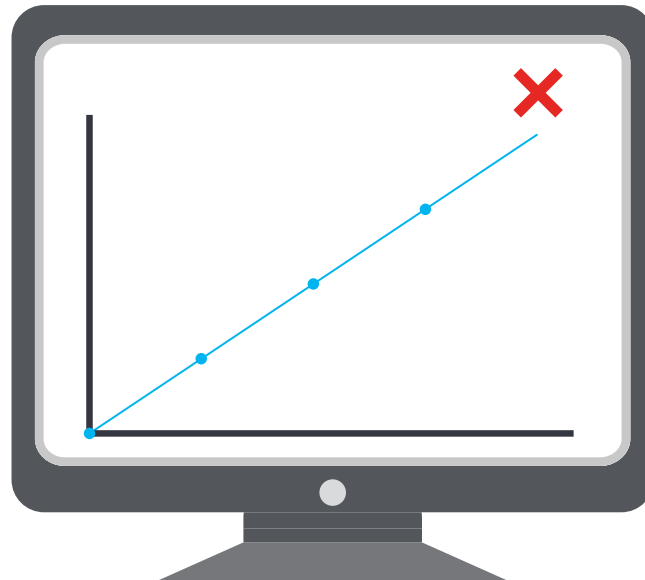
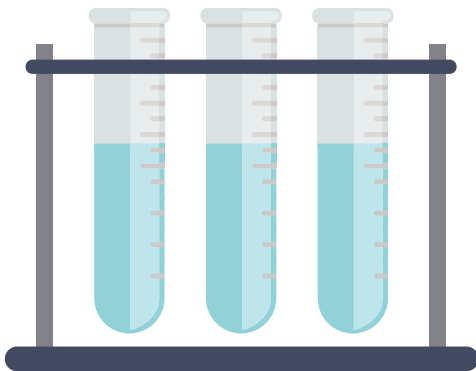
Una concentración de analitos inesperadamente alta puede hacer que la concentración medida para la muestra quede fuera del rango de calibración. Este problema es un motivo frecuente de repetición de medidas de muestras. Se identifica fácilmente en los resultados, pues aparecerá una marca de error para indicar que el resultado queda fuera del rango de calibración. No se debe comunicar un resultado que quede fuera del rango calibrado sin comprobar la linealidad de la calibración para la concentración fuera de rango.

Para solucionar este error, se puede recurrir a una simple dilución o a añadir un patrón adicional como muestra y comprobar la linealidad. Debe tenerse cuidado de no introducir contaminación al realizar la dilución.

Posibles soluciones

Hay formas sencillas e inmediatas de evitar problemas de concentraciones fuera de rango:

- Los instrumentos ICP-OES modernos permiten monitorizar un número enorme de longitudes de onda. Puede seleccionar varias líneas de emisión para los elementos que esté midiendo. Algunas serán muy sensibles y otras, menos. Si recibe una alerta de concentración fuera de rango en algunas longitudes de onda, solo tiene que cambiar a una línea menos sensible para el analito y evitar así la necesidad de diluir la muestra.
- Si no desea usar una longitud de onda alternativa (menos sensible), puede utilizar un diluidor automático integrado con el software para ICP-OES. Las muestras fuera de rango se diluirán automáticamente.
- Mida las muestras muy concentradas usando una visión radial del plasma



Más información:

www.agilent.com/chem/

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

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Publicado en EE. UU., 24 de septiembre de 2019
5994-1263ES

