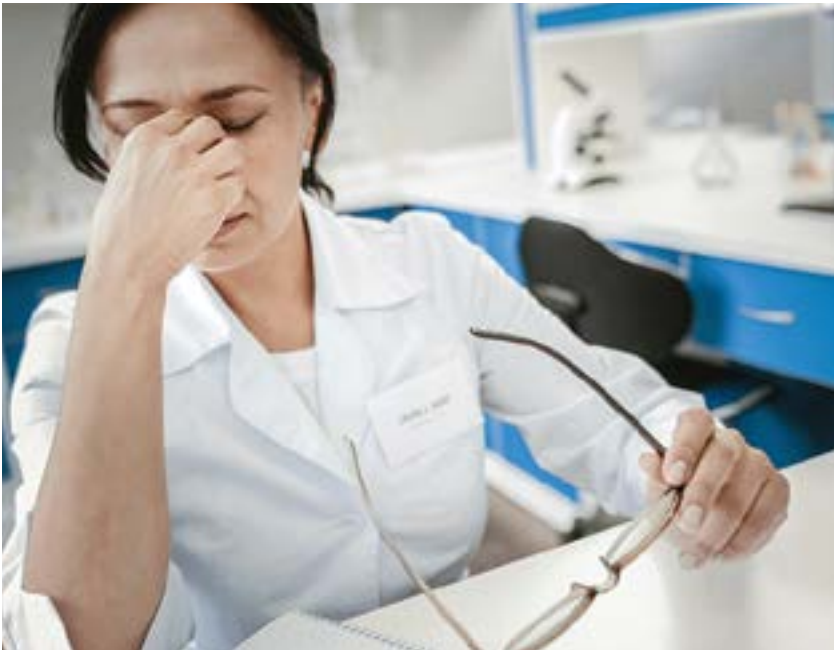


Trampas de tiempo
improductivas en el
análisis por ICP-MS
y cómo evitarlas

Trampas de tiempo en el flujo de trabajo de ICP-MS

La espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) es una técnica consolidada para la medida de elementos tanto traza como principales en una amplia variedad de tipos de muestras. El sistema ICP-MS se utiliza en sectores tales como alimentación, agricultura, medio ambiente, geoquímica y geología, materiales y semiconductores, petroquímica, biociencia, investigación clínica y energía nuclear.



El sistema ICP-MS es conocido por su alta sensibilidad, tolerancia a diferentes matrices y capacidad para medir elementos en un amplio rango de concentraciones. Los espectros sencillos y el control de interferencias fiable convierten al sistema ICP-MS en la técnica de elección para aplicaciones rutinarias y reguladas, desde agua potable y monitorización medioambiental hasta seguridad alimentaria y fabricación de productos farmacéuticos.

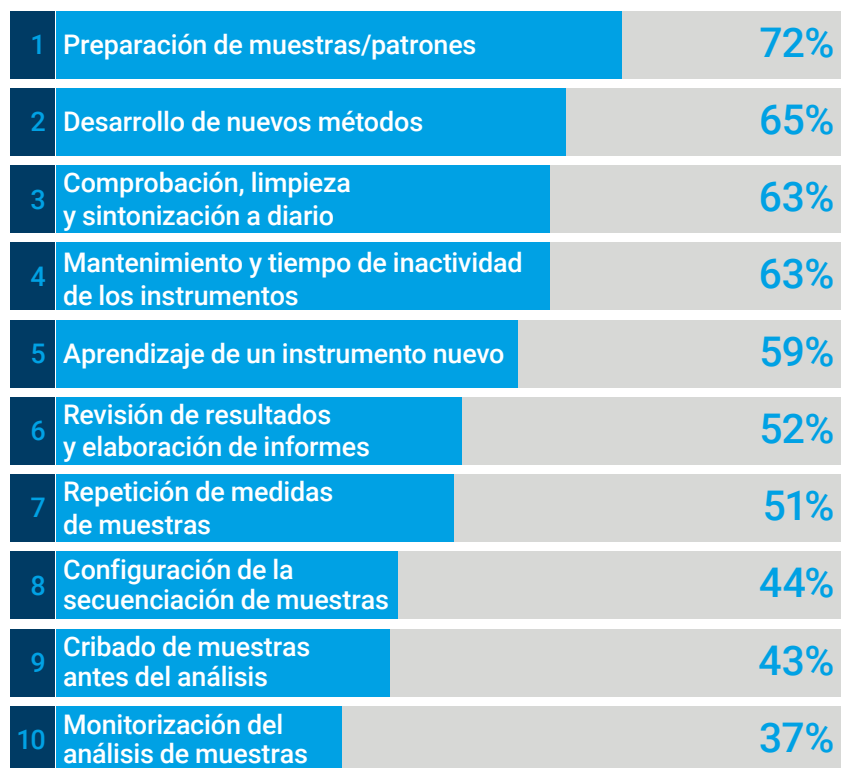
Muchos laboratorios buscan pasar de una técnica de espectroscopia atómica al sistema ICP-MS o desean actualizar su sistema de ICP-MS para conseguir mejores límites de detección y aumentar la productividad. Los laboratorios que empiezan a utilizar esta técnica pueden considerar que el sistema ICP-MS es difícil de aprender, difícil de usar y cara de emplear y mantener. Estas dificultades percibidas podrían incluso desanimar a algunos en la adopción de la técnica.

Los laboratorios que ya utilizan el sistema ICP-MS pueden en ocasiones esforzarse en mejorar la optimización de métodos y los flujos de trabajo, pero muchos asumen que es una parte inevitable de la configuración y el uso de un sistema ICP-MS. Para aquellos laboratorios que no han optimizado su metodología de ICP-MS, ciertas actividades improductivas y con frecuencia innecesarias (las trampas de tiempo) pueden afectar tanto a la productividad como a la rentabilidad. Estas trampas de tiempo pueden suponer mucho más que la mera pérdida de tiempo. Los empleados sobrecargados por la configuración manual de métodos, las comprobaciones de los instrumentos y la repetición de análisis pueden sentirse frustrados en el trabajo y es más probable que cometan fallos. Los fallos pueden requerir la repetición del análisis y afectar al tiempo de procesamiento de las muestras y a la calidad de los resultados comunicados. Esto puede poner en riesgo la reputación del laboratorio.



Principales trampas de tiempo

En una reciente encuesta en línea¹ se pidió a los directores de laboratorio que puntuaran las trampas de tiempo habituales que más afectaban a sus análisis por ICP-MS. Estos son los resultados.



Es posible que piense que estas trampas de tiempo son una parte inevitable del análisis por ICP-MS, algo que debe aceptarse en las operaciones cotidianas. Sin embargo, es posible que haya una forma mejor y más eficiente de realizar los análisis. Una forma que pueda hacerle la vida más sencilla, que pueda conseguir que sus empleados trabajen mejor y que le permita obtener resultados más fiables.

Al igual que la mayoría de las técnicas científicas sofisticadas, se requiere un alto grado de conocimientos y de experiencia para conseguir resultados precisos y reproducibles con un sistema ICP-MS. Por suerte, según va aumentando la automatización de los instrumentos, se reduce el nivel de conocimientos necesario para realizar los análisis. Los instrumentos ICP-MS modernos contienen plantillas de métodos predefinidos, rutinas de optimización automática, comprobaciones de rendimiento y sensores y monitores de autodiagnóstico. Estas capacidades incorporadas reproducen el nivel de conocimientos que anteriormente precisaba el operador.

Pero no solo ayudan las capacidades del instrumento. Los procesos del laboratorio se pueden mejorar realizando sencillos cambios en el modo de efectuar los análisis.

En este libro electrónico se examinan las trampas de tiempo habituales que afectan al análisis ICP-MS de rutina y se ofrecen soluciones que permiten minimizar su influencia o evitarlas completamente.

1. Encuesta realizada en septiembre de 2020 por Agilent. Una puntuación del 100 % indica que todos los encuestados clasificaron a dicha trampa de tiempo como la más significativa.

Contenido

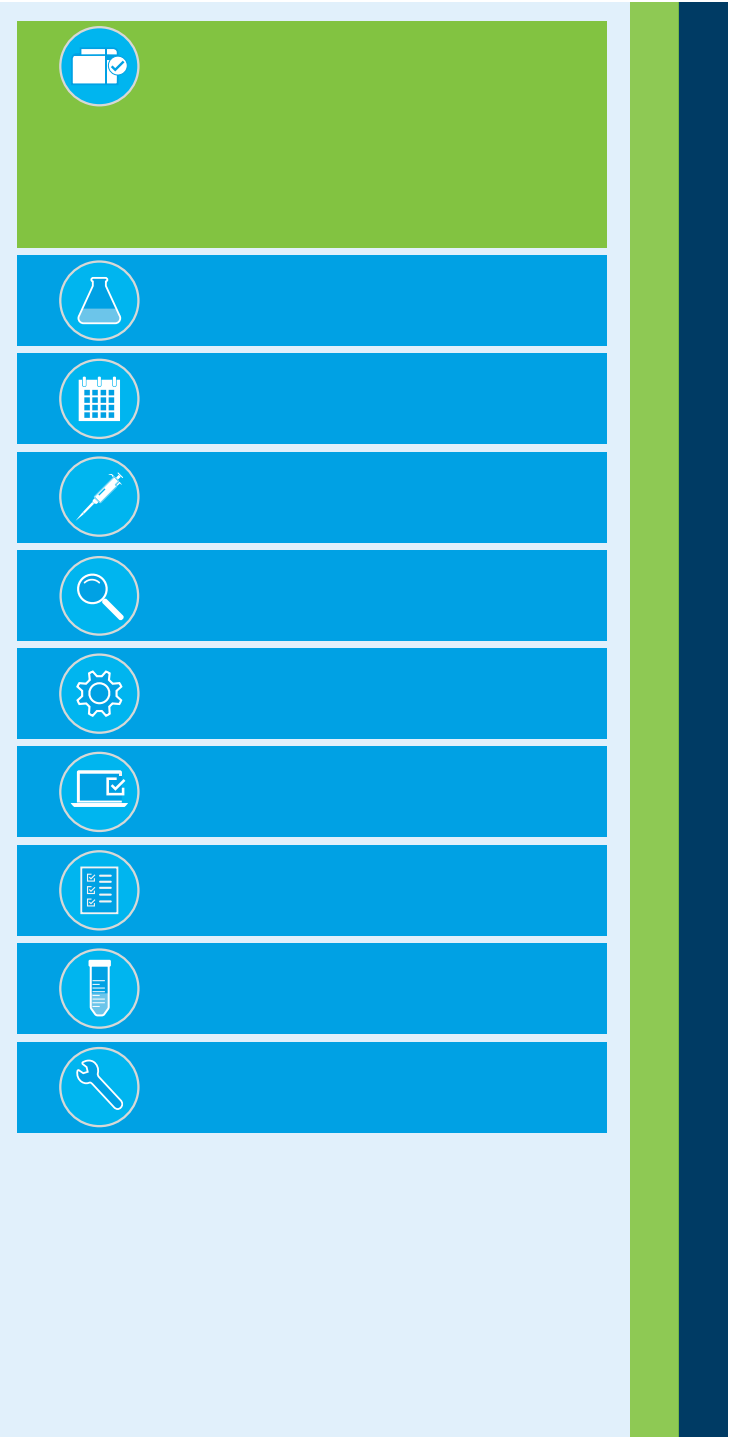


Aprendizaje de un instrumento nuevo

La trampa de tiempo

Los usuarios que empiezan a utilizar el sistema ICP-MS asumen que esta técnica será difícil de aprender y de usar. Esto mismo se aplica a aquellos usuarios que están familiarizados con una marca de ICP-MS y no están seguros de si la nueva marca será tan fácil de usar. Es cierto que un sistema ICP-MS, al igual que otros instrumentos analíticos avanzados, precisa cierto tiempo para aprenderse a usar de manera eficiente. Sin embargo, los instrumentos ICP-MS modernos ofrecen una interfaz gráfica del software y unas soluciones para el flujo de trabajo que acortan y simplifican en gran medida el proceso de aprendizaje.

Algunos laboratorios continuarán utilizando equipos antiguos o los sustituirán por otros del mismo tipo, solo para evitar tener que aprender cosas nuevas. Con frecuencia, los laboratorios obvian las limitaciones de sus equipos antiguos, considerando que se trata de una solución más sencilla que instalar un instrumento más nuevo. Sin embargo, los laboratorios comerciales compiten por el mercado, y puede resultar más caro conservar un equipo antiguo que no funcione tan bien como un sistema nuevo instalado por un laboratorio de la competencia. Un instrumento con más capacidades puede ofrecerle la posibilidad de analizar muestras que actualmente no puede medir. También podría mejorar la velocidad y precisión del análisis y permitir a su empresa expandirse para prestar servicios a otros sectores. Los sistemas ICP-MS más recientes incluyen características que simplifican el proceso de configurar el instrumento y transferir los métodos existentes desde los equipos más antiguos.



Las soluciones

Hacerse las preguntas adecuadas al seleccionar un instrumento nuevo

Cuando considere la adquisición de un sistema ICP-MS nuevo, estas sugerencias podrían serle útiles:

- Pruebe los instrumentos utilizando un abanico de muestras representativo de lo que va a analizar de forma rutinaria. No asuma que todos los instrumentos tienen las mismas capacidades, y no se base solamente en las especificaciones publicadas. Las diferencias de rendimiento reales serán más evidentes para las muestras más difíciles, más complejas y con más alto contenido en matriz. Por este motivo, debe asegurarse de probar el rendimiento para los tipos de muestras más difíciles.

Solicite al distribuidor que lleve a cabo la demostración del sistema de una forma que se adapte al flujo de trabajo de su laboratorio. Si de forma rutinaria analiza las muestras tal y como las recibe (sin una extensa configuración de métodos), pídale que analice sus muestras de prueba de ese modo. Esto le proporcionará información esencial sobre lo fácil o difícil que le resultará usar el sistema.

- Piense en cómo funciona su laboratorio. ¿Las muestras de rutina las analizan químicos no especializados en turnos, y reserva la configuración de métodos para los analistas con más experiencia? Si es así, asegúrese de comprobar si existe una interfaz simplificada que se pueda usar para garantizar que el análisis de rutina sigue el flujo de trabajo definido.
- ¿Adminstran los analistas varios instrumentos o técnicas al mismo tiempo? Disponer de una interfaz instrumental que pueda ejecutarse en un dispositivo móvil (como una tableta) permitirá a los analistas monitorizar el análisis de una muestra mientras se encuentran en otro lugar. También es importante contar con indicadores visuales en pantalla que comuniquen el estado del análisis. A nadie le gusta volver al laboratorio y encontrarse con que un CC ha fallado hace una hora y tener que repetir la medida de numerosas muestras.
- Durante la demostración, determine qué ajustes del método (si procede) habrá que cambiar para los distintos tipos de muestras. Si su laboratorio analiza distintos tipos de muestras, tener que ajustar múltiples ajustes del método cada vez que cambie el tipo de muestra se convertirá en una gigantesca trampa de tiempo.
- También son importantes la asistencia y formación que ofrece el proveedor. ¿Será posible realizar una formación presencial en su laboratorio poco después de la instalación del instrumento? ¿Es posible acceder a la asistencia remota para obtener ayuda con futuros problemas o habrá que esperar a que venga el ingeniero de soporte? ¿Es de calidad el servicio de asistencia? También hay que considerar la formación continuada. Consulte la página web del fabricante de cada instrumento con el fin de determinar qué cursos de formación ofrecen, con qué frecuencia se imparten y si son en línea o presenciales. Si son presenciales, ¿se imparten cerca de su ubicación?



Acceso a formación gratuita

En youtube.com y en otras páginas web existen vídeos sobre procedimientos. Son una excelente fuente de formación e información. Por ejemplo, [Agilent ofrece numerosos vídeos sobre ICP-MS](#) en YouTube.

Utilizar todos los recursos proporcionados con el instrumento

La mayoría de los instrumentos nuevos incluyen abundante información y herramientas para facilitar su uso a los usuarios nuevos. Por ejemplo, el instrumento Agilent 7850 incluye vídeos y guías de procedimientos en un amplio Centro de ayuda y aprendizaje que forma parte del software del instrumento. También existe un amplio [Centro de recursos para ICP-MS](#) que incluye abundante información de interés para usuarios tanto noveles como experimentados.

Además, los instrumentos suelen incluir métodos listos para su uso (o herramientas de desarrollo de métodos) que eliminan las incertidumbres en el desarrollo de métodos. Estos métodos predefinen la mayoría de los parámetros del método que más problemas causan a los usuarios nuevos, como la selección de isótopos, de patrón interno o de gas de celda, el tiempo de integración que se debe configurar, etc. El uso de un método predefinido simplifica el trabajo y reduce el tiempo necesario para desarrollar métodos nuevos, además de reducir la posibilidad de cometer errores en la configuración del método.

Documentación de los flujos de trabajo de rutina mediante SOP

Una buena documentación puede ser una excelente herramienta para ayudar a que los analistas aprendan a usar un instrumento nuevo rápidamente. Los procedimientos operativos estandarizados (SOP) deben incluir instrucciones sencillas paso a paso con numerosas imágenes y sugerencias para solucionar los problemas habituales. Los proveedores de instrumentos, como Agilent, pueden proporcionar plantillas de SOP rellenas previamente para los análisis por ICP-MS más habituales que se pueden usar o modificar para adaptarse a la plantilla de SOP de la empresa. Redactar un buen SOP de análisis por ICP-MS desde cero puede llevar semanas, por lo que poder utilizar una plantilla existente permite ahorrar muchísimo tiempo.



Cómo redactar SOP que funcionen

Escrito para la industria farmacéutica, pero aplicable a todos los laboratorios que utilicen SOP, este libro electrónico le indica cómo:

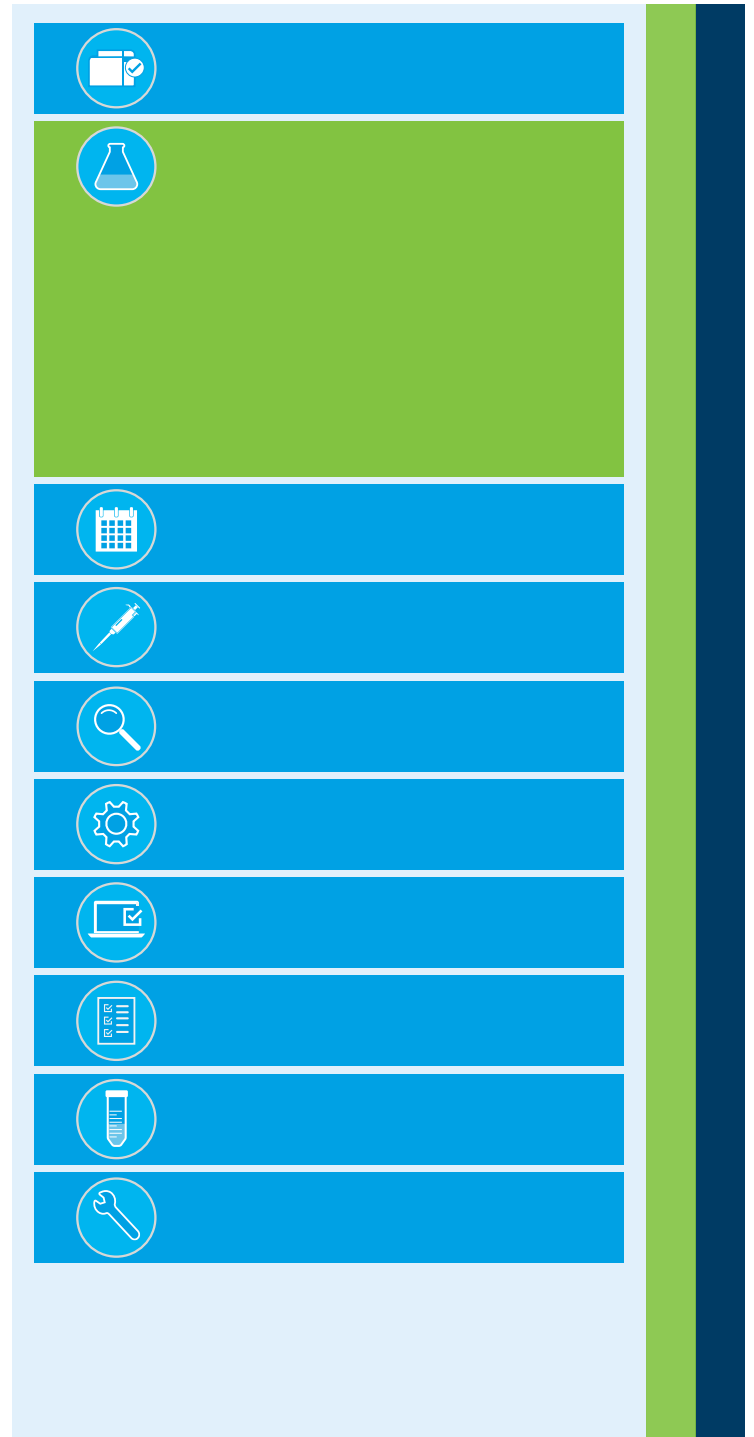
- redactar un SOP que sea sencillo de leer y de comprender,
- equilibrar los requisitos de conformidad y la elaboración de SOP útiles,
- probar los SOP y garantizar su uniformidad.

[Descargue el libro electrónico](#)

Desarrollo de nuevos métodos

La trampa de tiempo

El desarrollo, la optimización, la verificación y la documentación de un método de ICP-MS nuevo puede llevar mucho tiempo a los laboratorios, en especial si no están familiarizados con la técnica. Las pruebas de rendimiento y la documentación de los métodos por motivos de conformidad en entorno regulado añaden más trabajo, por lo que todo el proceso puede llevar varias semanas o incluso meses. ¿Por dónde empezar si se está desarrollando un método nuevo o instalando un nuevo sistema ICP-MS con el que no se está familiarizado? ¿Cómo se puede reducir el tiempo necesario?



Las soluciones

Usar métodos demostrados ya existentes

Es posible que el instrumento ICP-MS ya incluya plantillas de métodos predesarrollados. El sistema Agilent 7850 incluye métodos predesarrollados o "predefinidos" para numerosas aplicaciones, como EPA 6020, 200.8, e ISO 17294 para muestras medioambientales, y métodos USP/ICH/ChP para la fabricación de fármacos. El sistema 7850 también incluye métodos generales con ajustes óptimos para muestras con diferentes niveles de matriz, que se pueden modificar para adaptarse a los analitos específicos, a los patrones internos y a los parámetros de introducción de muestras. Una vez aplicada cualquier modificación, el método, los parámetros y la información relacionada, como los niveles de calibración y los ajustes de CC, se pueden guardar como un "archivo por lotes". Los archivos por lotes se pueden usar como plantilla para posteriores lotes de muestras, con lo que se ahorrará un tiempo de configuración significativo. El archivo por lotes garantiza que los ajustes del método se aplicarán de manera uniforme, incluso cuando sea otro analista el que utilice el instrumento.

También es posible que los instrumentos ICP-MS incluyan un método desarrollado específicamente para usted. Si envía muestras o lleva muestras a una demostración del ICP-MS, es posible que el químico de aplicaciones experto del proveedor pueda guardar el método usado para el análisis como plantilla. Esta plantilla se le puede proporcionar o cargar en su sistema durante la instalación, con lo que tendrá un método de trabajo con un rendimiento probado para sus muestras.

Si el instrumento no incluía plantillas de métodos relevantes, puede acceder a métodos publicados en las páginas web de la US EPA, en los métodos oficiales de análisis de la AOAC y en los métodos de la ASTM. Deberá ajustarlos al instrumento que utilice, pero son unos excelentes puntos de partida. Puede acceder a las comunidades en línea, como la comunidad Agilent (community.agilent.com), para hacer preguntas y aprender de otras personas que hayan creado métodos similares. Las notas de aplicación publicadas en las páginas web de los fabricantes de instrumentos también son una útil fuente de información. Finalmente, la mayoría de los fabricantes de instrumentos pueden ofrecer servicios de consultoría sobre el desarrollo de métodos, lo que puede ser una buena solución si sus muestras o métodos son particularmente singulares.

Definir un método nuevo

Tanto si está utilizando una plantilla de método existente o predefinida como si está empezando desde cero, determinados parámetros son imprescindibles para garantizar el éxito del análisis a largo plazo. Entre los más importantes están garantizar que el método se ha configurado correctamente para manejar el nivel de matriz de las muestras que se están midiendo y solucionar las posibles superposiciones espectrales.

La tolerancia a diferentes matrices de cualquier sistema ICP-MS viene determinada por la robustez del plasma, que puede monitorizar mediante la relación CeO/Ce. Asegúrese de que las condiciones del plasma definidas en su método son adecuadas para manejar los tipos de muestra y los niveles de matriz que va a analizar. Las muestras con mayor contenido en matriz precisan unas condiciones de plasma más robustas (menor CeO/Ce). Si se analiza con una robustez menor de la requerida, se producirán problemas a largo plazo como deposición de la matriz, menores intervalos de mantenimiento, deriva de la señal, fallos de control de calidad y repetición del análisis de la muestra.

Verificar el rendimiento del método utilizando materiales de referencia estándar

Verificar el rendimiento del método analizando materiales de referencia certificados (CRM) o estándar (SRM) es una buena forma de determinar si el método genera unos resultados precisos. Existen numerosos proveedores de estos materiales, que abarcan una amplia variedad de tipos de muestras, por lo que es más que probable que encuentre uno que sea próximo a la matriz de sus muestras.

Para verificar tanto la preparación de muestras como el rendimiento analítico, el material de referencia debe someterse al mismo proceso de preparación que sus muestras. A continuación se añade el material de referencia a cada lote de muestras y se analiza del mismo modo que las especies desconocidas. Si el método produce resultados que coinciden con los valores certificados para cada elemento del material de referencia, es una buena indicación de que su preparación de muestras proporciona buenas recuperaciones. Conseguir resultados precisos para el material de referencia también confirma que la calibración es precisa.

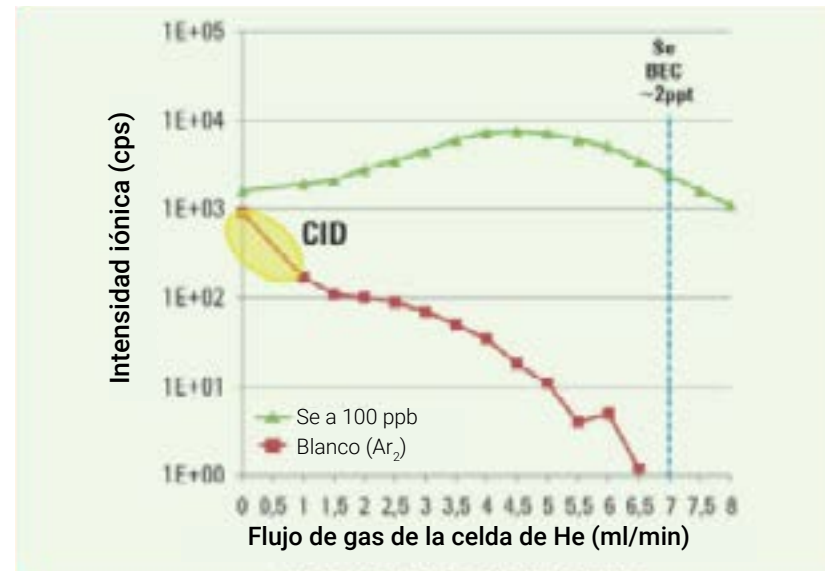
Usar el modo de helio para controlar las interferencias poliatómicas

Controlar las interferencias poliatómicas es un requisito esencial en la mayoría de los métodos ICP-MS. Las interferencias pueden resultar problemáticas en aplicaciones alimentarias y medioambientales, en las que las matrices de las muestras a menudo son altas, variables y complejas. Los sistemas ICP-MS Agilent proporcionan una solución sencilla y fiable a las interferencias poliatómicas más habituales mediante el uso de una celda de colisión/reacción (CRC) optimizada para el modo de colisión de helio (He).

La mayoría de las celdas de colisión/reacción (CRC) se pueden usar en modo de colisión o de reacción, aunque el diseño de la celda podría proporcionar un mejor rendimiento para uno de los dos modos. El modo (colisión o reacción) depende de si se añade a la celda un gas inerte (como He) o un gas reactivo (como H_2 , O_2 , NH_3 , etc.). Para el análisis multielemental de rutina, el modo de colisión (He) es mucho más universal que cualquier gas de celda reactivo, por lo que el modo de helio es mucho más adecuado para el análisis multielemental y para tipos de muestras variables y desconocidos.

El modo de helio utiliza la discriminación de energía cinética (KED) para eliminar iones poliatómicos, permitiendo que los iones atómicos pasen a través de la celda. La KED es un proceso físico que hace uso del hecho de que los iones poliatómicos (moleculares) tienen una sección transversal mayor que los iones atómicos de la misma masa. En consecuencia, los iones poliatómicos colisionan con mayor frecuencia con el gas de celda y pierden más energía, por lo que se pueden rechazar utilizando un voltaje de polarización en la salida de la celda. El modo de colisión de helio es eficaz para todas las superposiciones de iones poliatómicos, por lo que funciona para la mayoría de los elementos y se puede aplicar a una amplia variedad de tipos de muestras, con matrices complejas y desconocidas. Las interferencias poliatómicas más frecuentes basadas en la matriz desaparecen, permitiendo el acceso a los isótopos preferidos de todos los analitos típicos. El modo de helio también elimina las superposiciones poliatómicas habituales en isótopos secundarios de cualificación. Medir los isótopos de cualificación añade unos segundos al tiempo de análisis, pero permite confirmar el resultado comunicado utilizando el isótopo primario. El uso de isótopos secundarios incluso está recomendado en algunos métodos regulados en los sectores medioambiental y farmacéutico, donde los isótopos adicionales se utilizan para proporcionar resultados confirmatorios.

El uso de un solo modo de helio en la CRC ahorra mucho tiempo al simplificar la configuración de métodos y también reduce el tiempo de análisis entre muestras. Si utiliza un gas de celda diferente para cada analito, habrá un retraso mientras se evacua la celda y se cambia el gas. Esto añade un tiempo considerable al análisis total si se compara con el empleo de helio para todos los analitos.



La reducción de interferencias de Ar_2 en Se es un buen ejemplo de cómo el modo de helio puede reducir una interferencia poliatómica. Con un flujo de helio de 7 ml/min, Ar_2 se reduce a un nivel en el que tiene una contribución mínima a la señal de ^{78}Se .

Aunque es eficaz para las superposiciones poliatómicas habituales, el modo de helio no puede resolver las superposiciones isobáricas ni las interferencias por doble carga. Además, para niveles de analitos ultrabajos y para superposiciones inusuales, un gas de reacción podría proporcionar una eliminación de interferencias más eficaz y, en consecuencia, menores límites de detección. Sin embargo, el modo de reacción no se puede aplicar generalmente al análisis multielemental en sistemas ICP-MS de cuadrupolo simple. En un sistema ICP-MS cuadrupolo simple, los gases de reacción pueden generar nuevos errores, por ejemplo al formar iones producto de reacción que se superpongan con otros analitos.

La capacidad de controlar la química de la reacción en la celda de colisión/reacción es una de las grandes ventajas de los sistemas ICP-MS de triple cuadrupolo (ICP-QQQ). El sistema ICP-QQQ utiliza un paso adicional de selección de masa (Q1) para controlar los iones que entran en la celda y reaccionan, eliminando las superposiciones que pueden afectar a los modos de reacción en los instrumentos de cuadrupolo simple.

Nota: La US EPA no permite en la actualidad el uso de gases de celda para medir agua potable mediante el método 200.8. Se permite el uso de gases de celda para medir otros tipos de muestras, como aguas subterráneas y residuales, donde la matriz, más compleja, es más probable que produzca interferencias poliatómicas que se eliminan con el modo de helio.

Corregir las interferencias por doble carga

Ciertas combinaciones relativamente poco usuales de niveles de matriz y analito pueden dar lugar a interferencias de iones con doble carga que no se eliminan con el modo de helio. Algunos elementos, como el bario (Ba) y los elementos de tierras raras Nd, Sm y Gd, presentan unos potenciales de segunda ionización relativamente bajos. Debido a ello, estos elementos forman un pequeño porcentaje de iones con doble carga en el plasma. Las interferencias de iones con doble carga son mucho menos problemáticas que las de iones poliatómicos, pero pueden afectar al análisis de trazas de arsénico y selenio, en caso de que una muestra contenga una concentración relativamente elevada de tierras raras. Si su aplicación precisa el análisis de trazas de As y Se, se puede corregir la contribución de tierras raras con doble carga utilizando la "corrección de semimasa", incorporada en el software MassHunter para ICP-MS de Agilent. Si sus muestras contienen Ba o tierras raras, el uso de la corrección de semimasa en ICP-MS mejorará la precisión y reducirá los límites de detección para As y Se.

Seleccionar patrones internos adecuados

Los métodos predefinidos de Agilent 7850 para aplicaciones específicas incluyen patrones internos predeterminados que se ha observado que son adecuados para muestras típicas medidas en dicha aplicación. Para tipos de muestras nuevos y métodos genéricos, la selección de los elementos adecuados del patrón interno puede ayudar a asegurar un análisis preciso y estable. Si los elementos del patrón interno no se especifican como parte de un método regulado, puede usar ciertas directrices sencillas para elegir elementos adecuados, que deberán:

- estar ausentes de las muestras,
- estar en el mismo rango de masas que los analitos que corrigen,
- tener un potencial de ionización similar al de los analitos que corrigen,
- ser químicamente compatibles con los elementos de los analitos, y químicamente estables,
- no verse afectados probablemente por las posibles interferencias de los tipos de muestras²,
- no causar probablemente interferencias en los elementos de los analitos².

Con frecuencia no resulta posible encontrar patrones internos que sirvan tanto para la masa como para el potencial de ionización de los analitos, por lo que se necesita llegar a un equilibrio. Las matrices de muestra sencillas, como el agua potable, con frecuencia se pueden analizar con un solo patrón interno de masa mediana. La precisión y estabilidad analítica en muestras complejas y con alto contenido en matriz puede mejorarse con frecuencia utilizando varios patrones internos distribuidos por el rango de masas y con un rango de potenciales de ionización.

2. En un sistema ICP-MS moderno, estos dos últimos criterios pueden no tenerse en cuenta generalmente. Cualquier ion poliatómico superpuesto con, o causado por, los elementos del patrón interno se eliminarían con el modo de celda de helio.



Relación masa/carga: 66 Relación masa/carga: 66

Los filtros cuadrupolo de masas que se usan en los instrumentos ICP-MS separan los iones según su relación masa/carga (m/z). Dado que $^{66}\text{Zn}^+$ y $^{132}\text{Ba}^{2+}$ tienen la misma relación m/z de 66, un filtro cuadrupolo de masas es incapaz de distinguirlos.

Encontrará más información sobre el modo en que la corrección de semimasa elimina las interferencias de iones con doble carga en el resumen técnico de Agilent: "[Simplifying Correction of Doubly Charged Ion Interferences with Agilent ICP-MS MassHunter](#)".

Un patrón interno muy parecido en masa proporciona una mejor corrección de la deriva de señal basada en masa, mientras que un potencial de ionización similar proporciona una mejor corrección para la supresión de ionización. La importancia relativa de estos factores dependerá de los tipos de muestras y de la sintonía, especialmente la robustez del plasma. Un plasma robusto reducirá tanto la deriva como la supresión de la señal, por lo que se reducirá la necesidad de encontrar patrones internos muy similares.

Una vez definidos los patrones internos y las asignaciones analito-patrón interno, por lo general pueden incluirse en un método y escribirse en la plantilla de lote de muestras para futuros análisis.

Como se indica en ["Usar el modo de helio para controlar las interferencias poliatómicas"](#), el uso de un ICP-MS con una celda de colisión/reacción optimizada para el modo de colisión de helio puede solucionar la mayoría de las interferencias poliatómicas, incluidas las que se encuentran en el patrón interno o son provocadas por él. El uso del plasma bajo condiciones robustas (CeO bajo) también reduce la formación de iones poliatómicos. El uso de estos dos planteamientos como parte del desarrollo de métodos ofrece más opciones para la selección de elementos fiables del patrón interno.

Un modo sencillo de mejorar la estabilidad química

Desde hace mucho tiempo, el HNO_3 es el ácido preferido para su uso en la preparación de muestras que van a analizarse mediante ICP-MS. El empleo de HNO_3 por sí solo evita las interferencias poliatómicas que pueden aparecer cuando se utilizan otros ácidos, como H_2SO_4 o HCl . Sin embargo, la ausencia de HCl ocasiona numerosos problemas con diversos elementos:

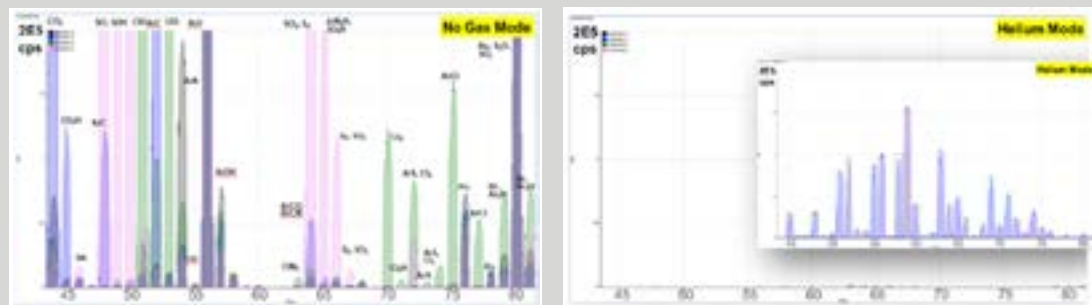
- Baja eficacia de extracción durante la preparación (p. ej., Sn en extractos de suelo).
- Baja estabilidad para numerosos elementos (Hg, Sn, Mo, W, Ag, As, Se, metales del grupo del platino, tierras raras).
- Bajas linealidad y estabilidad de muchos elementos en soluciones de patrones debido a la ausencia de iones/ligandos coexistentes.
- Captación (estabilización) y lavados lentos.

El uso de un sistema ICP-MS con el modo de colisión de He elimina los iones poliatómicos con cloro, lo que permite añadir de forma rutinaria HCl a las muestras y patrones (mínimo del 0,5 %). De este modo se superan los problemas anteriormente indicados; se trata de una sencilla forma de simplificar la preparación de muestras y el desarrollo de métodos.

Uso del modo de colisión/reacción para abordar las superposiciones poliatómicas

Una significativa ventaja del ICP-MS son sus sencillos espectros. Todos los elementos presentes de forma natural (salvo el In) tienen al menos un isótopo (masa) libre de superposición directa con ningún otro elemento. Estos isótopos "libres" se definen habitualmente como los isótopos preferidos para el análisis por ICP-MS, aunque no siempre sean los más abundantes. En la práctica, esto implica que la mayor parte de las interferencias espectrales que afectan al análisis por ICP-MS se deben a superposiciones de iones poliatómicos (moleculares).

Los analistas deben ser conscientes de que numerosas superposiciones poliatómicas se forman a partir de la matriz de la muestra, por lo que las interferencias varían con el tipo de muestra y pueden resultar difíciles de predecir. Sin embargo, los instrumentos ICP-MS actuales pueden solucionar las superposiciones de iones poliatómicos mediante el uso de una celda de colisión/reacción en el modo de colisión de helio. A continuación se ilustra el efecto del modo de He en un conjunto de iones poliatómicos típicos.



Estos espectros muestran los iones poliatómicos formados a partir de diversos componentes frecuentes de la matriz, indicados con la codificación por colores: HNO_3 (gris), HCl (verde), H_2SO_4 (rosa) e isopropanol (azul). El espectro de la izquierda muestra los numerosos iones poliatómicos asociados a la matriz que están presentes en el modo Sin gas, mientras que el de la derecha presenta la misma muestra medida en el modo de colisión de helio (He). Todas las interferencias poliatómicas se reducen a niveles despreciables en el modo de He, lo que permite realizar un análisis libre de interferencias. El espectro del recuadro muestra la misma mezcla de matrices a las que se han añadido 10 ppb de los elementos de transición de la primera fila, también medidos en modo de He. Se conserva una buena sensibilidad para todos los analitos y todos los isótopos coinciden con las plantillas de abundancia teórica.

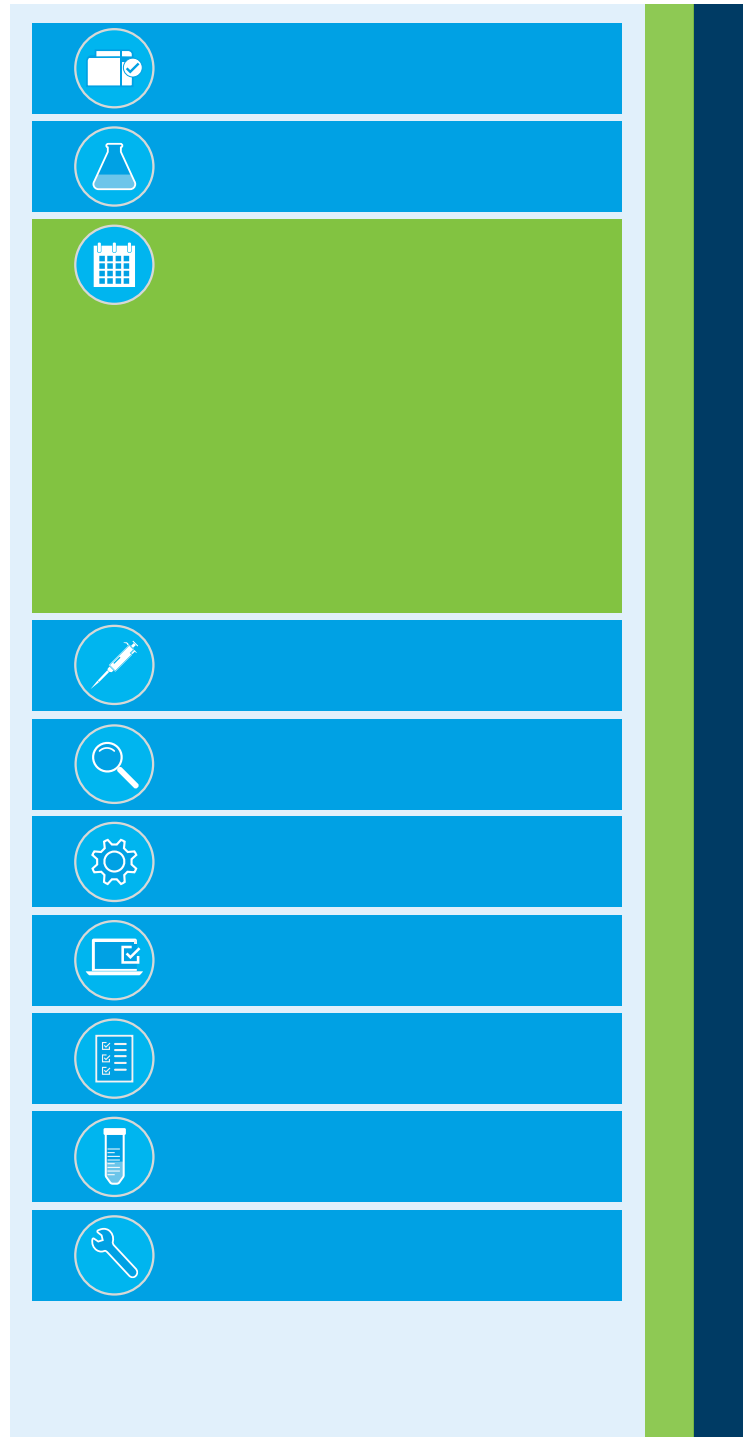
Comprobación, limpieza y sintonización a diario

La trampa de tiempo

Prácticamente el 10 % de las solicitudes de servicio³ se deben a no haberse realizado la limpieza de rutina. Para algunos laboratorios, es evidente que mejorar la planificación de las tareas de mantenimiento rutinarias hubiera ayudado a evitar pérdidas de tiempo por tener que esperar innecesariamente la llegada de un ingeniero de soporte. Hay seis áreas que deben considerar los analistas para la limpieza y mantenimiento periódicos de los sistemas ICP-MS:

1. La sonda de muestreo y el tubo de toma de muestras
2. El tubo de la bomba peristáltica y la tensión de la abrazadera de la bomba
3. El nebulizador, la cámara de nebulización, el tubo de transferencia y la antorcha de montaje rápido
4. Los conos de interfase
5. La lente iónica
6. El aceite de la bomba de vacío y los filtros de aire

³ A partir de los datos de solicitudes de servicio Agilent.



Las soluciones

Evitar problemas con el nebulizador

Un nebulizador parcialmente obstruido causará mala sensibilidad, mala precisión y deriva de la señal. Los nebulizadores de microflujo habitualmente usados en los sistemas ICP-MS no tolerarán la presencia de sólidos suspendidos (materia particulada).

Para ayudar a evitar las obstrucciones del nebulizador:

- Asegúrese de que las muestras se digieren y filtran o que se deja reposar el material con partículas suspendidas antes del análisis.
- Aclare durante al menos 10 minutos con un blanco de reactivo antes de apagar el plasma (esto se debería poder configurar con el software del instrumento).
- Utilice únicamente paños que no suelten pelusa.
- Utilice una herramienta para la limpieza del nebulizador para aplicar un retroflujo con un limpiador adecuado. Esto desprenderá la acumulación de partículas y limpiará de forma exhaustiva la punta del nebulizador. Puede adquirir una en Agilent con la referencia [G3266-80020](#).

Evitar otros problemas con el material de vidrio (cámara de nebulización, tubo de transferencia y antorcha)

La presencia de suciedad en la cámara de nebulización reduce la precisión. La precisión a corto plazo se puede monitorizar a partir de un análisis programado de comprobación del rendimiento antes de o después del análisis, o bien revisando la DER (%) para las réplicas de cada muestra, mientras que la precisión a medio plazo se puede monitorizar a través del uso de una solución de control de calidad, aunque esto solo indicará que se ha producido un problema y no evitará que suceda.

Una cámara de nebulización sucia o contaminada produce un mal drenaje y una aspiración irregular del aerosol hacia el plasma. Este problema se puede identificar observando 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, significa que la cámara de nebulización está sucia.

Las muestras que contienen mucho material orgánico como los aceites constituyen un problema particular, por provocar contaminación en la cámara de nebulización. Analizar muestras con alto contenido orgánico provoca un drenaje variable de la cámara de nebulización y un lavado deficiente. Enjuagar con solución de lavado limpia durante unos minutos al final del análisis permitirá lavar la cámara de nebulización. Algunos laboratorios tienen un conjunto diferente de componentes del sistema de introducción de muestras para su uso con muestras que contienen un elevado nivel de material orgánico o con matrices de elevada carga salina. Los componentes independientes del sistema de introducción de muestras se pueden instalar cuando se necesiten, con lo que aumentará la vida útil del sistema de introducción de muestras usado para muestras de análisis más rutinario.

Los diferentes tipos de cámaras de nebulización presentan diferentes características de lavado, pero no deben considerarse de manera aislada. Cuanto más corta sea la longitud del camino y mayor sea el rango de tamaños de gota de una cámara de nebulización ciclónica⁴, más solución pasará por la cámara de nebulización. Esto puede mejorar el lavado, pero también aumentará la carga de la matriz y el nivel de óxidos formados en el plasma. Esto origina un plasma menos robusto, una peor descomposición de la matriz, mayores interferencias y menor ionización, lo que puede eclipsar las ventajas del lavado.

Incluya la limpieza del material de vidrio como parte del programa de mantenimiento rutinario. Si está disponible, también resulta útil realizar una prueba de rendimiento del instrumento al principio y al final de los análisis de cada día. De este modo, podrá monitorizar con facilidad el rendimiento del sistema para garantizar que el sistema ICP-MS supera las especificaciones del fabricante.



La formación de una cantidad excesiva de gotas dentro de la cámara de nebulización es una de las señales que indica que hay que limpiar dicha cámara.

4. No se precisan cámaras de nebulización ciclónicas para los instrumentos ICP-MS de Agilent.

Para ayudar a los analistas a gestionar su programa de mantenimiento, se puede usar la función de mantenimiento preventivo asistido (EMF) del software del sistema ICP-MS de Agilent para configurar alertas para realizar tareas de mantenimiento rutinarias tales como la limpieza de la cámara de nebulización. Si analiza aceites, muestras alimentarias u otras muestras con alto contenido en matriz, puede ajustar los temporizadores de EMF para adecuarse a los intervalos de mantenimiento requeridos para sus tipos de muestra en particular. De manera similar, si analiza muestras más limpias podrá configurar el temporizador en un intervalo más prolongado, de modo que no pierda tiempo realizando un mantenimiento innecesario.

Cuidado de los tubos para bomba

El desgaste de los tubos para bomba es un problema que normalmente se pasa por alto en muchos laboratorios. Los analistas con frecuencia dejan colocados los tubos desgastados, sin darse cuenta de su influencia sobre la calidad de los datos. Si los tubos para bomba no se sustituyen cuando procede, se puede provocar inestabilidad de la señal, deriva e inexactitudes, además de problemas de estabilidad química tales como captación lenta y arrastre de analitos. La sustitución de los tubos desgastados es una tarea de mantenimiento sencilla y económica, pero si se cambian los tubos para bomba con mayor frecuencia de lo necesario se incrementarán los costes de consumibles y se malgastará tiempo.

Con los tubos de toma de muestra y los tubos para bomba con un mantenimiento incorrecto pueden aparecer problemas tales como pérdidas en las conexiones, tensión incorrecta y presencia de burbujas de aire. Los analistas sometidos a presión pueden olvidarse ocasionalmente de volver a colocar la abrazadera en los tubos para bomba peristáltica antes de iniciar el análisis de una muestra, o incluso podrían instalar los tubos de la bomba de drenaje al revés.

Los tubos de la bomba peristáltica con desgaste, fugas o mal ajustados causan mala sensibilidad y deriva durante el análisis, puesto que la eficiencia en el bombeo de los tubos desgastados cambia con su uso. Tanto la precisión como la deriva se pueden monitorizar mediante el uso de soluciones de control de calidad, pero con frecuencia se realizan cada 30-40 minutos, con lo que esperar a que falle una solución de control de calidad para solucionar un problema hace perder mucho tiempo, en especial si hay que volver y repetir la medida de las muestras analizadas desde el último control de calidad válido.

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 tras un determinado número de muestras; en caso de dudas sobre el estado de los tubos, sustitúyalos. Las comprobaciones periódicas reducen el riesgo



La comprobación periódica del tubo de la bomba peristáltica para ver si presenta desgaste, decoloración, flexibilidad y redondez ayuda a asegurar que la muestra se administra al nebulizador de manera uniforme, sin pulsos.

de tener que repetir medidas de muestras debido a problemas en los tubos de la bomba. También es una buena idea precondicionar los tubos nuevos antes de su uso. A la hora de instalar tubos nuevos, asegúrese de que queden estirados uniformemente en los rodillos de la bomba; no apriete los tubos en exceso. Ajuste la presión en el tubo para suministrar un flujo de muestra lento y uniforme y pase la solución en blanco por el nuevo tubo durante unos minutos para limpiar y acondicionar la superficie interna.

La mayoría de los instrumentos tienen una función para girar la bomba a una velocidad extremadamente baja con el instrumento en reposo, por ejemplo tras finalizar un análisis sin supervisión durante la noche. De este modo se evita que el tubo se aplane en los lugares donde se asienta sobre los rodillos de la bomba. Asegúrese de utilizar esta función si no utiliza constantemente el sistema ICP-MS.

La función de mantenimiento preventivo asistido del sistema ICP-MS Agilent 7850 se puede usar para avisar al analista de que realice las tareas de mantenimiento de tubos. Por ejemplo, se puede configurar una alerta EMF para recordarle al analista que compruebe o cambie el tubo de la bomba con una frecuencia basada en el tiempo o en el tipo de muestra. El contador de alerta puede configurarse en un valor adecuado al tipo de matriz de la muestra. Por ejemplo, si analiza soluciones diluidas de ácido nítrico/clorhídrico, puede configurar el contador para que le avise al cabo de 2.000 o 3.000 muestras. Si utiliza una concentración mayor de ácido, es posible que deba ajustar el contador de alerta en un número inferior, como cada 1.000 muestras.

Para los tipos de muestras menos habituales, también debe tenerse en cuenta el tipo de tubos para bomba que se utiliza. El tubo de toma de muestras deberá ser químicamente resistente a la matriz de la muestra; en consecuencia, las soluciones orgánicas y acuosas necesitan habitualmente distintos tipos de tubos para bomba. El PVC funciona bien para la mayoría de las muestras acuosas y ácidas, pero no resulta adecuado para su uso con disolventes orgánicos. El PVC se degrada rápidamente cuando se expone a numerosos disolventes orgánicos, por lo que no bombea correctamente e incluso podría descomponerse por completo. Muchos laboratorios que analizan disolventes orgánicos evitan por completo los tubos para bomba y suministran la muestra al nebulizador mediante autoaspiración. La comprobación periódica de la elasticidad de los tubos es una tarea de mantenimiento sencilla. Según se va degradando el tubo, se endurece, se estira y pierde elasticidad.

Se recomienda pasar una solución de lavado a través del instrumento, quitar la sujeción de los tubos y desconectarlos de la bomba (para que dejen de estirarse en los rodillos de la bomba) al final de la jornada en caso de que el instrumento no analice muestras sin supervisión. Con estas acciones se prolongará la vida útil de los tubos de la bomba. Si deja la matriz de la muestra alojada en los tubos durante la noche, la muestra podría lixiviar en los tubos, provocando la contaminación de las primeras muestras del siguiente análisis, además de propiciar una degradación de los tubos más rápida.

Normalmente, si los tubos para la bomba están desgastados, podría aumentar la DER (%), además de causar un lavado deficiente y provocar ruido químico de fondo. El incremento de la DER de la señal medida puede deberse a distintas cosas, pero es posible que el sistema ICP-MS pueda avisarle del problema potencial marcando los resultados que superen un límite de DER definido por el usuario. Estos avisos se muestran con el formato condicional de valores atípicos en la tabla de resultados del sistema Agilent 7850, por ejemplo. Si se activa una alerta, podrá solucionar el problema antes de que finalice el análisis de muchas muestras y haya que repetir su medida después de cambiar los tubos para bomba.

Cuidado de los conos de interfase y la lente iónica

La deposición de matriz en los conos de interfase y la suciedad de la lente iónica pueden reducir la sensibilidad, causar mala precisión a largo plazo y aumentar el fondo.

La reducción de la sensibilidad y el aumento de los fondos son evidentes a partir de la habitual comprobación diaria del rendimiento del instrumento que realiza la mayoría de los laboratorios. Puede visualizar rápidamente los conos si los resultados de rendimiento indican que pudiera haber algún problema. El empleo de una lupa resulta útil para mirar de cerca la

superficie de los conos. Compruebe si existen acumulaciones de matriz en la punta y si existen daños o alargamientos en el orificio.

Si analiza muestras con alto contenido en matriz, los depósitos de matriz en los conos de interfase aparecerán más rápido. Este es un motivo por el que se utilizan condiciones de plasma más robustas (menor CeO/Ce) para muestras con mayor contenido en matriz: para asegurar que se descomponga la matriz en la mayor medida posible. Con el análisis de rutina de alto contenido en matriz, se recomienda verificar los conos cada 500-1.000 muestras y, en caso de que sea evidente la presencia de depósitos, retirar los conos y someterlos a sonicación en agua. Seque los conos y vuelva a instalarlos en el instrumento. Tenga en cuenta que los conos limpios se benefician de estar acondicionados para garantizar la estabilidad del siguiente análisis. Después de limpiar los conos o de conectar un nuevo juego, resulta beneficioso acondicionarlos de nuevo aspirando una matriz de la muestra, como agua mineral, o un patrón de matriz, como el ICS de la EPA, durante 10 o 15 minutos.

Conviene limpiar los conos si se miden distintos tipos de muestras en las que un elemento principal de la primera muestra es un elemento traza en la segunda. En algunos casos, incluso podría resultar beneficioso utilizar juegos de conos diferentes y exclusivos para tipos de muestras muy incompatibles. Esta sugerencia también se puede aplicar a los demás componentes del sistema de introducción de muestras.

Bombas

La frecuencia con la que hay que cambiar el aceite de la bomba y los filtros de vapor de aceite dependerá del tipo de muestras que mida con más frecuencia. Si analiza muestras con alto contenido en matriz o emplea condiciones del plasma que no produzcan una adecuada descomposición de la matriz de la muestra, tendrá que realizar un mantenimiento más frecuente de la bomba.

Reducción de la frecuencia de ajuste de los instrumentos

Una forma sencilla de reducir la necesidad de volver a realizar ajustes en un instrumento cuando se analizan muestras con alto contenido en matriz es usar un plasma robusto (de alta energía). La alta energía del plasma descompondrá la matriz, de forma que no se deposite en los conos de interfase, donde podría causar deriva de la señal, lo que a su vez produciría la necesidad de volver a realizar ajustes en el instrumento.

Uso de autocomprobaciones del estado de los instrumentos

Muchos instrumentos ICP-MS cuentan con sensores y contadores para avisarle cuando se necesiten tareas de mantenimiento. Consulte ["Realización correcta del mantenimiento preventivo"](#).

Preparación de muestras/patrones

La trampa de tiempo

La preparación de muestras y patrones fue votada como la principal trampa de tiempo para el análisis por ICP-MS en la encuesta en línea. Los analistas con frecuencia tienen que preparar muestras en muchas diluciones y usar diferentes niveles de calibración para que se correspondan con el rango de concentración esperado para cada elemento. No resulta sorprendente que la preparación de muestras consuma tanto tiempo. Los errores en la preparación, el cribado de muestras para evaluar los niveles de matriz, los fallos de control de calidad y la repetición del análisis de las muestras tras obtener resultados fuera de rango crean aún más trabajo.



Las soluciones

Evitar problemas de calibración

Los problemas de calibración son una causa frecuente de errores analíticos. Con frecuencia vemos analistas que se esfuerzan por averiguar lo que falla en sus resultados, solo para darse cuenta de que el problema era un simple error durante la preparación de patrones. Podría tratarse de una pipeta mal calibrada, contaminación debido a un equipo mal limpiado, problemas de estabilidad química o la selección accidental de una solución madre incorrecta.

Eliminar los errores humanos es esencial para reducir los errores de calibración, por lo que la buena formación y documentación pueden resultar muy beneficiosas para que su laboratorio no sufra estos problemas.

Los organismos reguladores como la US EPA impulsan las buenas prácticas analíticas. Los métodos regulados poseen un control de calidad incorporado que ayuda a evitar o a identificar errores de calibración. Por ejemplo, muchos métodos US EPA para muestras medioambientales incluyen tanto una solución de comprobación de verificación de la calibración inicial (ICV) como una comprobación de verificación de calibración continua (CCV). Estos patrones de control de calidad (preparados de fuentes distintas de las soluciones madre de calibración) proporcionan una comprobación independiente sobre la validez de la calibración. Los instrumentos modernos proporcionan normalmente plantillas de métodos que predefinen estos tipos de normas de control de calidad, junto con comprobaciones y acciones de control de calidad adecuadas, lo que simplifica la configuración de métodos. También se pueden usar estos tipos de medidas de control de calidad para garantizar la precisión de las calibraciones para los métodos no regulados.

El uso de un instrumento que tenga un amplio rango de medida lineal también ayuda a reducir el tiempo y esfuerzo dedicados a configurar las calibraciones. Tener una respuesta lineal en un amplio rango de concentraciones permite preparar un solo conjunto de calibración uniforme, en lugar de necesitar calibraciones personalizadas para tener en cuenta los distintos niveles de los elementos principales en los diferentes tipos de muestras. Podrá medir las ppb de un elemento en una muestra y a continuación los niveles en % del mismo elemento en la siguiente muestra, usando la misma calibración. Esto ahorra muchísimo tiempo en comparación con tener distintos conjuntos de calibración para cada conjunto de tipos de muestras.

Evitar errores por superarse el rango

Se produce un error por superarse el rango cuando la lectura de una muestra queda fuera del rango del detector o supera el patrón de calibración más alto para el analito. Si el plasma y el detector pueden tolerar niveles de concentración elevados, se pueden evitar los errores por superarse el rango preparando un patrón de alta concentración para el punto de calibración superior. Con un detector de rango dinámico de 10 u 11 niveles, el patrón más alto podrá ser de hasta cientos de ppm para los elementos que espera que se encuentren en niveles altos en las muestras. Esta extensión de la calibración es un seguro de vida para evitar que los resultados del análisis de muestras queden fuera de rango. Si se evitan estos errores de rango se evitará la trampa de tiempo de tener que diluir y repetir la medida de las muestras.

Algunos analistas preparan de forma rutinaria varias diluciones de cada muestra para asegurar que tanto los elementos principales como los traça estén dentro del rango del detector. Se prepara una solución menos diluida para el análisis de los analitos traça y otra más diluida para medir los principales. El instrumento Agilent 7850 puede eliminar prácticamente la necesidad de realizar diluciones adicionales de los tipos de muestras habituales en ICP-MS al usar un sistema de introducción de muestras de contenido en matriz ultraalto (UHMI). El sistema UHMI diluye el aerosol de la muestra mientras pasa desde la cámara de nebulización hasta la antorcha, eliminando las tediosas diluciones manuales y evitando el gasto que supone un diluidor automático de líquidos convencional. Gracias al UHMI, el sistema 7850 puede tolerar una amplia variedad de matrices de muestras que contengan hasta un 25 % de sólidos totales disueltos (TDS), sin necesidad de diluir cada muestra hasta un nivel de TDS diana. La configuración de dilución del aerosol se calibra y almacena, proporcionando un intervalo de factores de dilución predefinidos que se puede seleccionar como corresponda para el tipo o los tipos de muestras que se estén midiendo.



El sistema de introducción de muestras de contenido en matriz ultraalto (UHMI) permite tratar fácilmente matrices de muestras difíciles con hasta un 25 % de sólidos disueltos totales (TDS). El uso de UHMI reduce el tiempo de preparación de muestras y los errores y proporciona mayor estabilidad a largo plazo para el análisis.

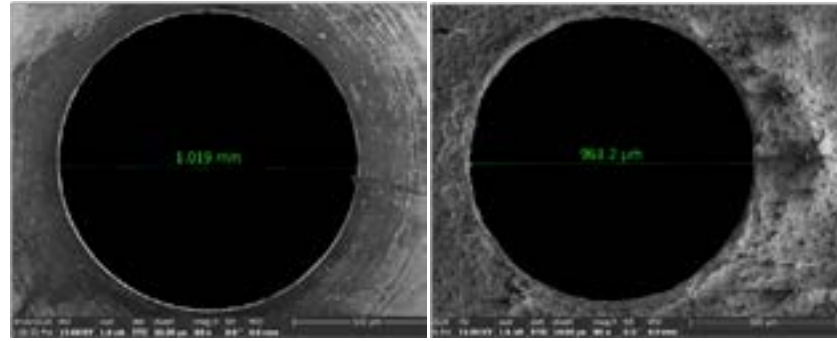
Gracias al uso de un ICP-MS con alta tolerancia a diferentes matrices, podrá usar un planteamiento convencional para la preparación de muestras, como usar un proceso de preparación de muestras de ICP-OES ya existente. Para ahorrar aún más tiempo, un método ICP-MS optimizado con frecuencia permitirá medir todos los elementos en los niveles requeridos en un solo análisis (principales, trazas, elementos formadores de hidruros y Hg). De este modo se elimina la necesidad de preparar muestras para las distintas técnicas analíticas, como es posible que hiciera anteriormente para medir los elementos principales o los formadores de hidruros y el mercurio. Por ejemplo, algunos laboratorios utilizan la espectrometría de absorción atómica o el sistema ICP-OES para medir elementos a altas concentraciones y la absorción atómica por cámara de grafito o ICP-MS para los elementos traza. Se puede usar una técnica independiente adicional, como la fluorescencia atómica, para un solo elemento, como el Hg, que con frecuencia se consideran imposibles de analizar en un ICP-MS. Obtener todos los datos elementales con un solo análisis de la muestra en una sola técnica supone un enorme ahorro de tiempo, reduce los errores y la contaminación, simplifica los servicios de laboratorio, los suministros, los consumibles e incluso la formación del personal.

Evitar tener que usar patrones ajustados a la matriz

Cuando se analizan muestras con alto contenido en matriz mediante ICP-MS, puede producirse una supresión de la señal si la energía del plasma es demasiado baja. El plasma debe disponer de suficiente energía como para descomponer la matriz en su totalidad e ionizar los elementos de los analitos. La supresión del plasma origina una señal menor (y, en consecuencia, una concentración medida menor) para los elementos de los analitos en muestras con alto contenido en matriz.

Un planteamiento para abordar la supresión de la matriz es tratar de ajustar la matriz de los patrones de calibración a la de las muestras. Existen diversos problemas con este planteamiento, incluido el hecho de que el analista necesita conocer previamente la matriz de la muestra, lo que no siempre resulta práctico en laboratorios que analizan lotes mezclados de muestras alimentarias o medioambientales. Ajustar los patrones a una matriz equivalente a la de las muestras es una tarea tediosa y que requiere mucho tiempo, e incluso podría precisar el cribado de las muestras antes del análisis. Puede evitar la necesidad de usar patrones ajustados a la matriz mediante el uso de un plasma más "robusto". Un plasma robusto es aquel que funciona con un nivel energético alto. La alta energía permite al plasma tanto descomponer la matriz como seguir con energía suficiente para generar un nivel uniforme de iones del analito, aunque varíe el nivel de la matriz.

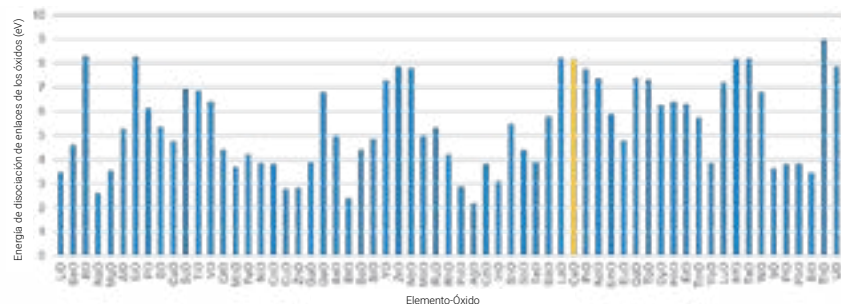
La robustez del plasma también es esencial para la estabilidad a largo plazo y la tolerancia a diferentes matrices. Si el plasma no tiene suficiente energía para



Estas imágenes ampliadas del orificio de un cono de muestreo de ICP-MS ilustran el efecto de analizar con muestras con alto contenido en matriz. La imagen de la derecha presenta el cono tras el análisis de muestras, con depósitos de matriz que provocan cambios microscópicos en el tamaño y forma del orificio.

descomponer la matriz, parte de esta se depositará en el cono de interfase del instrumento. Los depósitos cambian la forma del orificio del cono, generando menos sensibilidad y más deriva de la señal. El efecto resulta más pronunciado para muestras que contengan un alto nivel de minerales "refractarios" (de alto punto de fusión), como los óxidos de Al, Mg, Si y Ca.

Si con frecuencia mide muestras con alto contenido en matriz o con matrices variables, es esencial el uso de un instrumento con un plasma robusto. La robustez del plasma para ICP-MS se monitoriza habitualmente con la relación de CeO^+ , medida por comparación de la intensidad de CeO^+ con la de Ce^+ . Una baja relación de CeO^+ (<1,5 %) indica que el plasma tiene suficiente energía como para disociar el ion molecular CeO, con un enlace fuerte. Un plasma con una baja relación de CeO proporciona mejor descomposición de la matriz y de otros iones poliatómicos, por lo que las interferencias son menores y se pueden analizar muestras con alto contenido en matriz durante más tiempo y con menos deriva. Tampoco será necesario volver a calibrar ni repetir la medida de las muestras porque falle el control de calidad debido a la deriva.



Si un plasma es suficientemente robusto como para romper el enlace fuerte Ce-O (mostrado en amarillo), la energía del plasma será suficientemente alta como para disociar los iones de óxidos potencialmente interferentes. Por este motivo se usa la relación CeO^+/Ce^+ como medida de robustez del plasma.

Evitar problemas de estabilidad química

La inestabilidad química puede provocar problemas tales como captación lenta, arrastre de la muestra, inestabilidad de los patrones internos y ausencia de linealidad en las calibraciones, entre otros. Históricamente, los analistas que usan la técnica ICP-MS han tenido que afrontar con frecuencia problemas relacionados con la estabilidad química. Esto se debe tanto a usar el sistema ICP-MS para el análisis de numerosos elementos, en ocasiones incompatibles, como a que los analistas se esfuerzan por evitar la creación de interferencias espectrales.

El amplio número de analitos medidos con ICP-MS, en comparación con otras técnicas tradicionales como la absorción atómica por cámara de grafito, implica que con frecuencia se midan a la vez elementos químicamente incompatibles. Los primeros usuarios de ICP-MS se acostumbraban enseguida a usar solamente ácido nítrico para la digestión y estabilización de las muestras. El ácido nítrico (HNO_3) no contribuye con interferencias espectrales adicionales en ICP-MS, dado que ya hay H, N y O en el agua de la muestra y en el aire que rodea al plasma. Se evitaban otros ácidos como el clorhídrico (HCl) o el sulfúrico (H_2SO_4), pues los altos niveles de Cl y S provocaban numerosas superposiciones de iones poliatómicos adicionales en el espectro de ICP-MS.

Sin embargo, evitar el HCl suponía crear problemas nuevos, pues muchos elementos no son solubles o estables solo en ácido nítrico. Los instrumentos ICP-MS de Agilent ahora permiten la adición rutinaria de HCl para la estabilidad de la muestra y del analito, pues las interferencias poliatómicas debidas al Cl se tratan eficazmente utilizando la celda de colisión/reacción convencional en modo de helio. En realidad, el modo de helio del sistema Agilent 7850 proporciona un control eficaz y fiable de todas las interferencias frecuentes debidas a la matriz que suelen encontrarse en las aplicaciones habituales de ICP-MS. Tenga en cuenta que el método US EPA 200.8 no permite en la actualidad el uso del modo de helio para medir agua potable. Sí se permite para medir otras aguas, como las subterráneas y las residuales. El agua potable es una matriz relativamente sencilla, por lo que su medida se ve menos afectada por las interferencias poliatómicas que elimina el modo de helio.

La adición rutinaria de HCl a las muestras para su análisis por ICP-MS es una forma rápida y sencilla de eliminar la mayor parte de los problemas de estabilidad y obtener resultados precisos. La adición de HCl incluso soluciona los problemas de lavado y estabilidad asociados con el análisis de mercurio. No es necesario preparar una muestra independiente ni analizar Hg con otra técnica, por lo que el flujo de trabajo global es mucho más sencillo.

Evitar problemas de contaminación

Las prácticas inadecuadas del laboratorio pueden suponer problemas de contaminación para cualquier técnica analítica, pero la contaminación puede ser más evidente para los niveles de trazas que se analizan mediante ICP-MS. Si ha utilizado otras técnicas de espectroscopia atómica antes de usar el sistema ICP-MS, deberá ser consciente de la considerable diferencia en cuanto a sensibilidad de la medida entre el sistema ICP-MS y, por ejemplo, la espectrometría de absorción atómica o el sistema ICP-OES. Estas mismas consideraciones son de aplicación a la hora de migrar métodos desde una técnica monoelemental, como la espectrometría de absorción atómica de llama o la espectrometría de absorción atómica con cámara de grafito a un método de ICP-MS multielemental. Mientras que los patrones monoelementales solo necesitan estar certificados para la concentración del elemento diana, los patrones para el análisis multielemental (ICP) también deben estar certificados como libres de otros elementos. Mezclar varios patrones de espectrometría de absorción atómica para el análisis por ICP-MS puede provocar errores debido a la presencia de otros elementos en forma de contaminantes en los distintos patrones monoelementales.

Con el fin de mantener unos límites de detección bajos y uniformes, es posible que haya que ajustar el planteamiento con respecto al lavado, al uso de pipetas, a los sistemas de aguas y a la calidad de los ácidos y reactivos. Por ejemplo, es posible que quiera realizar una digestión ácida en un contenedor de microondas. Si no lava exhaustivamente el contenedor de microondas entre muestra y muestra, va a obtener un arrastre que contaminará la siguiente muestra, provocando resultados inexactos.



A muchos muestreadores automáticos, como el Agilent SPS 4 aquí mostrado, se les puede acoplar una cubierta para reducir la exposición de las muestras a las fuentes de contaminación del laboratorio.

Puede detectar la contaminación causada por una limpieza incorrecta incluyendo un blanco de preparación con cada lote de muestras. Un blanco de preparación es una solución en blanco sometida al mismo proceso de preparación que las muestras. Si define un umbral de control de calidad para el blanco de preparación, la posible contaminación aparecerá cuando se analice.

Tenga en cuenta que los niveles de contaminación deben considerarse con relación a los límites requeridos para los informes y no frente a la capacidad de la técnica analítica. ICP-MS permite medir la mayoría de los elementos a niveles de ng/l (ppt). Sin embargo, la contaminación a niveles de ppt no es relevante ni importante si se miden y comunican analitos a niveles de ppb o superiores, como es el caso en numerosas aplicaciones habituales.

La contaminación también puede afectar al sistema de introducción de muestras del instrumento ICP-MS, provocando arrastre de la señal procedente de una muestra analizada anteriormente. Un nivel inusualmente elevado de un analito en una o más muestras del lote de muestras puede provocar la contaminación de la(s) muestra(s) siguiente(s). Este efecto de arrastre es particularmente visible para elementos de alta absorción o "pegajosos" tales como mercurio, boro, molibdeno, wolframio o talio. Estos elementos se adhieren a las superficies del sistema de introducción de muestras, originando resultados erróneos en las muestras posteriores. El uso de una mezcla de ácidos optimizada para muestras y patrones puede ayudar a reducir el arrastre, por ejemplo, incluyendo ácido clorhídrico al 0,5 % así como el habitual ácido nítrico. De forma similar, un programa de lavado en etapas múltiples, donde una sonda de muestreador automático se lava en una solución de lavado básica y posteriormente en ácido, puede ayudar a eliminar los elementos pegajosos del sistema de introducción de muestras.

Las funciones de limpieza automatizada que monitorizan la señal durante el ciclo de lavado pueden ayudar a evitar la contaminación cruzada. El instrumento Agilent 7850 incluye una función de lavado inteligente que bombea automáticamente la solución de lavado hasta que la señal para los elementos seleccionados cae por debajo de un umbral definido. El uso de una válvula de conmutación también puede ayudar al minimizar la exposición del sistema de introducción de muestras a una matriz de la muestra.

Si tiene una muestra totalmente desconocida o con un color extraño o que huele de forma rara, merece la pena realizar una adquisición semicuantitativa. De este modo, podrá dilucidar qué elementos se encuentran en la muestra y cuál es su concentración aproximada. El sistema Agilent 7850 dispone de una función denominada IntelliQuant que realiza un análisis semicuantitativo de barrido rápido en cada muestra



Utilice un dispensador de ácido en lugar de pipetas para reducir el riesgo de contaminación.

de un lote desconocido, añadiendo tan solo 2 segundos al tiempo de análisis normal. Se pueden usar los datos de IntelliQuant para evaluar si es necesario continuar optimizando la configuración del instrumento o la preparación de muestras para lotes futuros de muestras similares.

Las prácticas adecuadas de laboratorio también permiten reducir el riesgo de contaminación debido al entorno del laboratorio. Para evitar la contaminación de la muestra procedente del polvo en suspensión en el aire, realice todos los pasos de preparación y manipulación de la muestra en una "estación descontaminada". Se trata de una mesa con campana extractora y con un sistema de filtración HEPA. Intente reducir el número de pasos de manipulación de muestras (como diluciones) que realiza, pues cada paso añade otra posible fuente de contaminación.

También es esencial reducir las actividades que generen polvo o partículas; por ejemplo, usar guantes de nitrilo sin polvo y eliminar del laboratorio los equipos generadores de polvo (como impresoras y refrigeradores de agua).

Algunos elementos clave que considerar para reducir el riesgo de contaminación:

- Los reactivos y equipos de laboratorio que han entrado en contacto con soluciones de muestra pueden causar contaminación. Los viales y puntas de pipeta deben estar libres de metales (evite puntas de pipetas o tapones de viales de color, por ejemplo).
- NUNCA utilice material de laboratorio de vidrio para el análisis de elementos a nivel de trazas en muestras acuosas o ácidas. El vidrio contiene niveles elevados de muchos elementos que podrían disolverse en las soluciones y contaminarlas.
- La calidad del agua ultrapura y de los ácidos usados para la estabilización o dilución de la muestra es crítica. Se recomienda un purificador de agua de laboratorio que proporcione una calidad final $>18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$, además de ácidos y otros reactivos ultrapuros.
- Utilice dispensador vertical de ácido para viales en lugar de pipetas si va a añadir el mismo ácido a un gran número de muestras.
- Asegúrese de utilizar patrones para ICP-MS y no patrones para espectrometría de absorción atómica. Los patrones para ICP-MS están certificados para niveles de contaminantes menores, por lo que no introducirá otros elementos en las soluciones de patrones.
- No pipetee directamente desde el contenedor original del patrón o del ácido. Decante en un contenedor de plástico limpio. No devuelva la solución sin usar a la botella original.
- Almacene correctamente las soluciones de patrones y elimine las caducadas.

Reducción de los pasos de transferencia

Otra forma de simplificar y acelerar la preparación de muestras es reducir el número de pasos de transferencia según pasa de digestión a dilución, filtración y análisis.

Algunos laboratorios realizan la digestión de muestras en el mismo tubo que posteriormente usarán en el muestreador automático. Usan un sistema de digestión por microondas o con bloques calefactados, transfiriendo el tubo en el que se ha digerido la muestra directamente a las gradillas del muestreador automático para su análisis. De este modo se elimina el paso de transferencia de muestras, se reduce la posibilidad de contaminación debida al contenedor adicional y se reduce la posibilidad de que se mezclen las muestras.



El sistema de filtración Agilent FilterMate le permite digerir, filtrar y analizar muestras en el mismo tubo. Es compatible con sistemas de digestión con bloques calefactados, pero no es adecuado para su uso en sistemas de digestión por microondas.

Cribado de muestras antes del análisis

La trampa de tiempo

Los laboratorios subcontratados o los que reciben muestras de composición desconocida pueden cribar las muestras antes del análisis o al configurar por primera vez el método para nuevos tipos de muestras. El cribado de muestras, bien usando una técnica diferente como el sistema ICP-OES, o bien analizando muestras muy diluidas con ICP-MS, solía ser práctica común en los laboratorios nuevos con ICP-MS. En cualquier caso, supone analizar las muestras dos veces; o bien realizando un cribado de muestras representativas del lote o, en el peor de los casos, analizando cada muestra dos veces, una tarea sumamente laboriosa.

Las mejoras en ICP-MS en términos de tolerancia a diferentes matrices, rango dinámico del detector y la posibilidad de resolver las interferencias más habituales de la matriz han hecho del cribado de rutina una tarea en gran medida redundante en los laboratorios que utilizan instrumentos ICP-MS modernos. Sin embargo, los usuarios de algunos sistemas ICP-MS continúan realizando el cribado de los nuevos tipos de muestras para optimizar la configuración de los métodos. El método US EPA 200.8, anterior a numerosos desarrollos recientes de ICP-MS, como las celdas de colisión/reacción, recomienda que se lleve a cabo un análisis semicuantitativo para cribar muestras nuevas o inusuales para elementos en alta concentración. Se puede utilizar el cribado como guía para la dilución de las muestras, así como para identificar posibles problemas con la preparación de las muestras, o potenciales fuentes de interferencias que podrían resolverse realizando cambios en el método analítico. Si el cribado se considera adecuado, ¿de qué modo pueden los laboratorios asegurarse de que proporciona la información más útil y tiene un impacto mínimo sobre la productividad del laboratorio?



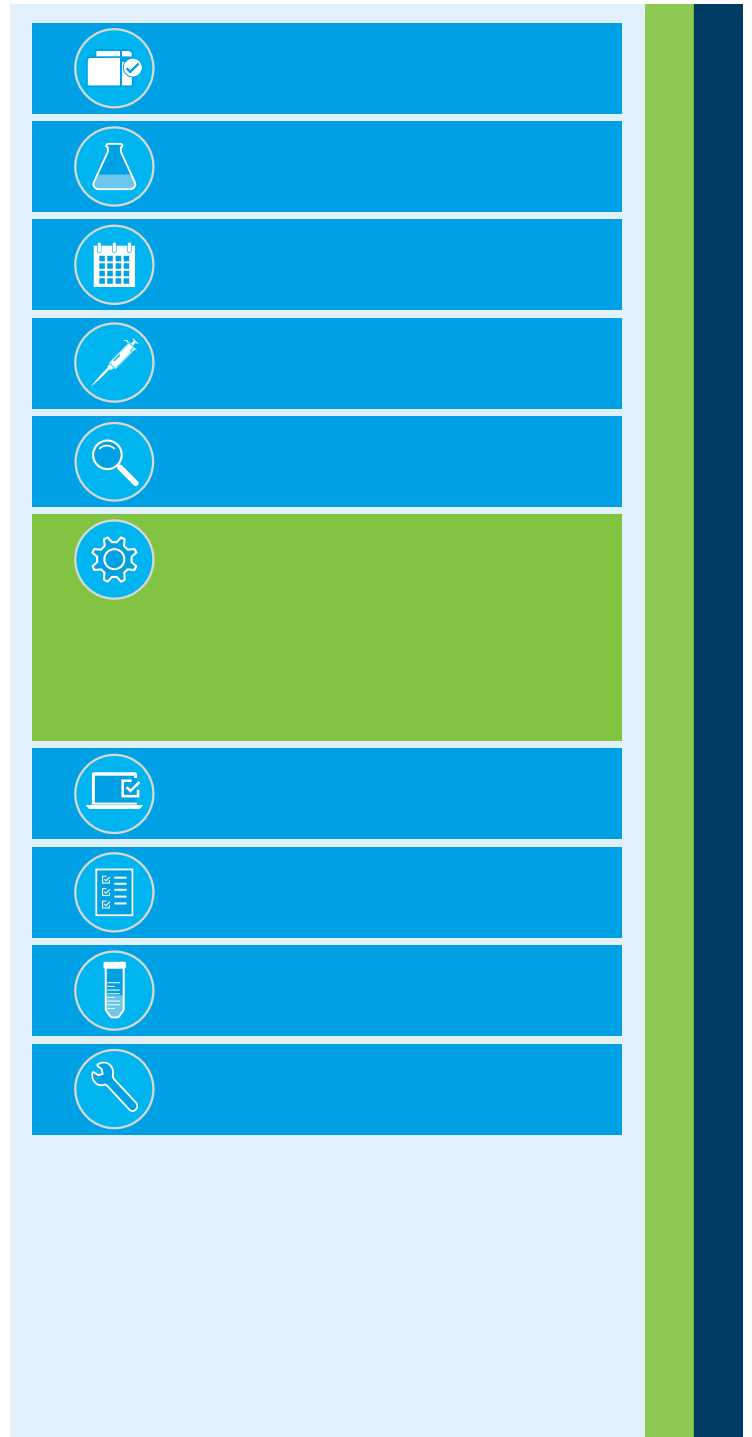
Configuración de la secuenciación de muestras

La trampa de tiempo

La configuración de una secuenciación de muestras consta de:

1. Configuración del instrumento y encendido del plasma
2. Evaluación del rendimiento del instrumento y corrección si hubiera problemas
3. Creación o modificación de los detalles del lote
4. Sintonía y calibración, en su caso
5. Carga del muestreador automático
6. Preparación o importación de la lista de muestras y definición de las soluciones de control de calidad requeridas

En cada uno de estos pasos, existen potenciales trampas de tiempo y formas de agilizar las operaciones.



Las soluciones

Usar las comprobaciones de rendimiento periódicas del instrumento

Un retraso frecuente que se produce al configurar el ICP-MS para analizar el primer lote de muestras de la jornada se da cuando se enciende el plasma, se deja que se caliente el instrumento, se realizan las comprobaciones normales del sistema y solo entonces se observa un problema de rendimiento que hay que corregir antes de poder analizar las muestras. Con frecuencia, esto requiere apagar el plasma y esperar a que el sistema se enfríe antes de adoptar la medida correctora.

Si programa una comprobación del rendimiento para que se realice automáticamente al final de un análisis durante toda la noche, se pueden identificar y solucionar problemas antes de encender el plasma al comenzar el primer lote de muestras de la siguiente jornada.

Para obtener más información sobre la identificación y corrección de problemas frecuentes, consulte [“Mantenimiento y tiempo de inactividad de los instrumentos”](#).

Tratamiento de muestras novedosas o inusuales

En función del instrumento que utilice, es posible que tenga que ajustar la configuración del método si recibe muestras diferentes a las que analiza normalmente.

Poder manipular muestras inusuales sin necesidad de realizar muchos cambios en la configuración estándar del método ahorra mucho tiempo, pero requiere que el ICP-MS disponga de ciertas capacidades específicas.

- Es posible que el ICP-MS tenga que analizar muestras con alto contenido en matriz, por lo que la robustez del plasma es una consideración importante.
- Con muestras desconocidas y variables, los elementos principales pueden dar lugar a superposiciones espectrales nuevas e inesperadas, por lo que disponer de una función como el modo de colisión de He para eliminar iones poliatómicos ayuda a garantizar que los resultados sean precisos.
- Las muestras desconocidas podrían contener niveles de analitos diana mayores de lo esperado, por lo que un ICP-MS con amplio rango dinámico puede ayudar a asegurar que se obtienen resultados válidos, en lugar de comunicar resultados fuera de rango que precisen la repetición del análisis de las muestras.

Simplificar la adición de detalles del lote de muestras

Hay diversas formas en que los instrumentos ICP-MS modernos pueden simplificar la configuración para el análisis de muestras:

- Medida de elementos mayoritarios y minoritarios en un análisis. Es posible que en la actualidad realice dos lotes de muestras independientes: uno para medir los elementos presentes a alta concentración (los “principales”) y otro para medir los elementos presentes a baja concentración (los “secundarios” y “trazas”). Es posible que esto incluso se haga con técnicas diferentes. El desarrollo de detectores de ICP-MS con un rango dinámico extraordinariamente amplio permite superar esta situación, por lo que ahora se pueden medir todos los elementos en un solo lote de muestras.
- Medida de elementos diferentes en muestras diferentes en el mismo lote de muestras: por ejemplo, 20 elementos de muestras de agua potable, 12 elementos en muestras de suelo y 8 en muestras de aguas residuales. Con algunos instrumentos, está limitado a medir los mismos elementos en cada muestra: es un aspecto fijo en el método. Tendría que configurar tres medidas diferentes: una para cada tipo de muestra. Algunos instrumentos ICP-MS, como el Agilent 7850, utilizan una función “Sublista” que permiten seleccionar grupos de analitos específicos para medirse en muestras diferentes. Mediante el uso de sublistas, se pueden analizar todas las muestras de agua potable, suelo y aguas residuales en un mismo análisis y utilizando una misma calibración global, pero sin necesidad de perder tiempo recopilando datos para los elementos que solo son de interés en los otros tipos de muestras.
- Cálculo automático del factor de dilución. Se trata de una forma sencilla pero eficaz de ahorrar tiempo al configurar una lista de muestras y a la hora de introducir los patrones de calibración. Al introducir o importar el peso y volumen de la muestra (que podrían haber sido creados por el laboratorio de preparación y descargados desde un LIMS), el software del instrumento determinará tanto la concentración medida como la concentración del informe. Si crea patrones de calibración mediante dilución en serie a partir de una disolución madre mezclada, el software podría completar toda la tabla de patrones automáticamente aplicando un multiplicador para calcular los niveles de todos los analitos, evitando que usted tenga que introducir la concentración de cada elemento en cada patrón.
- La importación de la información de la muestra desde un sistema LIMS ahorra la tediosa introducción de datos.
- Funciones que le permiten especificar los diferentes tipos de muestras de una secuencia como diferentes “bloques” de muestras, p. ej., un bloque para patrones de calibración, otro para muestras desconocidas, otro para soluciones de CC y en blanco, etc. Estos bloques pueden analizarse en un orden especificado o en un número de muestra o activador de tiempo especificados. Los bloques se pueden predefinir, guardar en una plantilla y reutilizar en cada análisis, de modo que el analista solo tendrá que actualizar la lista de muestras desconocidas.

Monitorización del análisis de muestras

La trampa de tiempo

El sistema ICP-MS puede generar una cantidad ingente de datos. Los lotes de muestras con frecuencia analizan 200-300 muestras desconocidas, más quizás 10 calibrantes y hasta 50 soluciones de control de calidad en un mismo lote. Y cada muestra podría tener resultados para 30 o más analitos, además de patrones internos, cada uno de ellos analizado por triplicado. Al dar lugar potencialmente los distintos tipos de muestras y elementos principales a diferentes errores en cada muestra, la monitorización del análisis para asegurar la calidad de los datos puede resultar problemática. La tabla de datos puede resultar abrumadora, lo que convierte en una tarea desalentadora la revisión de los resultados según aparecen en la pantalla, en especial para los usuarios con menos experiencia. La revisión de un volumen de datos tan abultado puede hacer que se pase por alto un problema, lo que supone la repetición del análisis de una muestra para resolver un problema que podría haberse resuelto fácilmente si se hubiera observado durante el análisis.



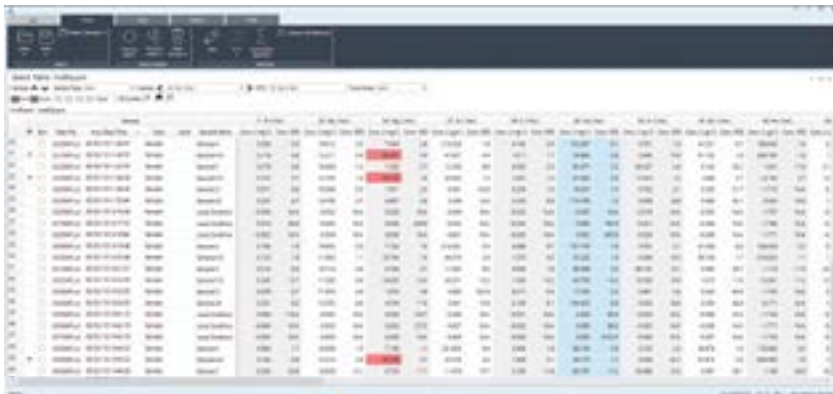
Las soluciones

Evitar que se produzcan errores con las muestras

Tanto el instrumento como el método usado desempeñan una importante función en la simplificación de la monitorización de los resultados. Consulte ["Creación de métodos que minimicen los errores con las muestras"](#).

Marcado de resultados atípicos

La experiencia y los conocimientos de los analistas resultan beneficiosos a la hora de interpretar los resultados de los análisis por ICP-MS. Sin embargo, hay muchas funciones integradas en los sistemas ICP-MS de última generación que pueden simplificar y acelerar la tarea para los analistas menos experimentados. Por ejemplo, la optimización de configuraciones y métodos de los sistemas ICP-MS puede eliminar muchas de las fuentes de error que los usuarios anteriormente tenían que esforzarse por identificar y corregir. Las herramientas de análisis de datos también pueden ayudar a los usuarios nuevos con el proceso de revisión. Con frecuencia es posible filtrar los resultados según van apareciendo, marcando los que no superen los criterios especificados, como la DER (%) o las pruebas de control de calidad no superadas. Esto facilita identificar los resultados problemáticos (como se muestra en las siguientes imágenes).

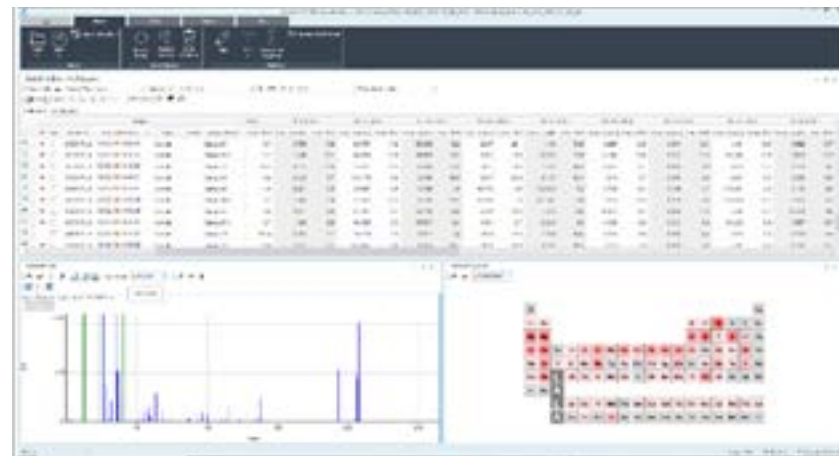


La función de formato condicional de valores atípicos de Agilent MassHunter marca los resultados de la muestra que no cumplan los criterios especificados. Las marcas rojas resaltan los resultados problemáticos; se pueden mostrar en pantalla estos resultados solos para facilitar la resolución de problemas.

Detección de errores en la preparación de muestras, niveles de analito o matriz inesperados o inusuales o contaminación

Además de marcar los potenciales errores en la tabla de datos, el software del sistema ICP-MS podría incluir utilidades para ayudar al usuario a identificar la causa del resultado problemático. Si su método de ICP-MS incluye la función de recopilar un espectro de masas completo de cada muestra durante el análisis, esto se puede usar para la resolución de problemas. Por ejemplo, es posible que un ocupado analista pase por alto un vial de muestras al añadir ácidos durante la preparación de las muestras. Si falta Cl en el barrido de masas completo, o si está presente en niveles bajos, es una buena indicación de que no se ha añadido HCl a dicha muestra.

Más en general, si su laboratorio mide muchas muestras desconocidas y variables, es posible que en una muestra en particular estén presentes componentes inesperados de la matriz y analitos en niveles elevados. Estos elementos inesperados se pueden identificar de forma rápida y sencilla a partir de los datos del espectro de masas completo. En la siguiente imagen, se muestran los resultados cuantitativos para cada muestra en la tabla situada en la parte superior de la pantalla. El espectro de masas completo de barrido rápido medido para línea de muestra seleccionada se presenta en la parte inferior izquierda. A la derecha, la vista de la tabla periódica de IntelliQuant muestra el rango de concentraciones de todos los elementos que se encuentran en el espectro de barrido rápido. Los resultados semicuantitativos pueden incluir hasta 78 elementos, no solo los analitos incluidos en el análisis cuantitativo. La presentación visual permite comparar muestras rápidamente e identificar si están presentes elementos inesperados o inusuales, sea debido a la contaminación o bien a que la matriz de la muestra fuera anómala o estuviera mal etiquetada.



Revisión de resultados y elaboración de informes

La trampa de tiempo

Al igual que sucede con la comprobación en tiempo real de los datos durante el análisis, la comprobación de fila tras fila de resultados de la muestra una vez finalizado el análisis es una actividad tediosa y propensa a errores. Es muy fácil sentirse abrumado por el número de resultados que aparecen en un lote normal de ICP-MS de múltiples elementos. Podrían pasarse por alto resultados atípicos y falsos positivos o negativos, con lo que se generarían resultados erróneos. La trampa de tiempo no solo radica en la revisión de datos: tener que repetir la medida de las muestras que fallan se añade al tiempo perdido. Aún peor es el potencial daño a su reputación que sufriría si comunicara resultados erróneos que un cliente cuestionara o usara para tomar decisiones importantes. Sin embargo, sin tener valores o rangos esperados para los analitos de una muestra desconocida, ¿cómo confirma (tanto a usted como a su cliente) que los resultados comunicados son exactos? Con frecuencia, los laboratorios concluyen que, para estar en el lado seguro, necesitan analizar de nuevo las muestras con resultados inesperados o bien analizarlas con una segunda técnica para confirmar los datos. Todo esto supone tiempo y esfuerzo adicionales y merma la productividad.



Las soluciones

Creación de métodos que minimicen los errores con las muestras

El desarrollo de métodos desempeña una función importante en la reducción del tiempo dedicado a la revisión de resultados. Se pueden minimizar los errores en los datos si se configura el sistema ICP-MS con la robustez necesaria para tratar la matriz de la muestra y el rango dinámico para medir todos los analitos. De manera similar, las superposiciones espectrales se pueden controlar empleando condiciones de celda adecuadas.

Mediante el uso de una configuración que resuelva las causas habituales de obtención de datos poco fiables, los analistas de ICP-MS pueden realizar la revisión de datos y generación de informes de forma mucho más rápida y sencilla y menos proclive al error. Por ejemplo, la celda de colisión en modo de helio del instrumento Agilent 7850 minimiza la contribución de los iones poliatómicos, elimina las superposiciones debidas a elementos de matriz inesperados y resuelve las interferencias en los patrones internos. También evitará el uso de ecuaciones de corrección para tratar las superposiciones de iones poliatómicos más frecuentes. Las ecuaciones de corrección pueden ser en ocasiones una fuente de error adicional, pues podrían no tener en cuenta todas las interferencias que puedan estar presentes.

El uso de una función que corrija las interferencias debidas a los iones con doble carga también resulta útil, en particular si va a recibir muestras con bario o tierras raras. Esto puede incluirse en su método, de modo que las interferencias debidas a iones con doble carga se corrijan automáticamente en los resultados del informe.

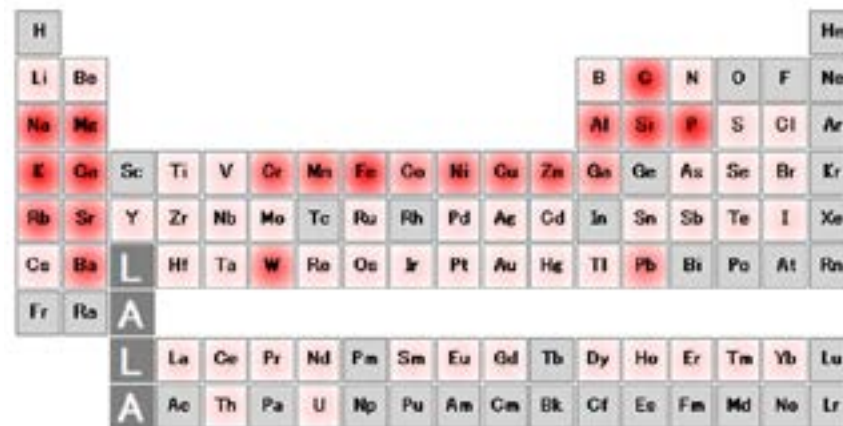
El uso de isótopos cualificadores secundarios para los análisis ayuda en la confirmación de datos de rutina, para así obtener resultados de máxima confianza. Los datos procedentes de los isótopos secundarios también sirven como refuerzo en caso de existieran dudas sobre un resultado. Puede comparar los resultados de ambos isótopos: si coinciden, se trata de una confirmación de que el resultado es preciso.

El uso de una herramienta de análisis semicuantitativo rápida, como la función IntelliQuant del sistema 7850, resulta útil a la hora de investigar resultados atípicos o consultas del cliente sobre los resultados. IntelliQuant puede comprobar la composición elemental completa de una muestra, determinando la concentración aproximada de cada elemento. Los resultados inesperados para una muestra se pueden comparar con los resultados de IntelliQuant. El barrido de masas completo de IntelliQuant también se puede usar para confirmar la presencia de un elemento según su patrón de abundancia isotópica. Esta función se ilustra para una muestra de chocolate negro (incluida en esta página), en la que se confirmó la presencia del elemento inesperado wolframio (W) en niveles de ppm mediante la plantilla de abundancia isotópica de IntelliQuant.

Uso de herramientas de software para el análisis de datos

Muchos laboratorios con un gran volumen de trabajo exportan sus datos a programas especializados de control de calidad para automatizar el análisis de datos. Los instrumentos ICP-MS con frecuencia disponen de funciones de software que le permiten configurar límites, fuera de los cuales se marcarán los resultados o se repetirá el análisis de las muestras. El sistema Agilent 7850 dispone de la función de formato condicional de valores atípicos, que filtra los resultados de las muestras de modo que solo se muestren aquellas que incumplan los criterios predefinidos. De este modo se facilita la identificación de resultados que precisen investigación. La función también se puede configurar para que realice acciones en caso de fallo de una muestra de control de calidad, de un patrón interno o de otro tipo de solución.

Numerosos laboratorios usan un sistema de datos integrado para transferir la información entre los sistemas del laboratorio, por ejemplo, proporcionando pesos y volúmenes de las muestras desde el laboratorio preparativo al ICP-MS, y comunicando los resultados y las marcas de control de calidad desde el ICP-MS a un sistema de gestión de información de laboratorio (LIMS). En cuanto a los informes, poder exportar los datos con facilidad a un sistema LIMS o a un paquete de informes de otro fabricante puede ser un modo útil de reducir la carga que supone la generación de informes.



El mapa de calor de IntelliQuant de los sistemas ICP-MS de Agilent muestran las concentraciones relativas de cada elemento. Esta muestra de chocolate negro muestra una concentración relativamente elevada de Ca, Cr, Ni, W y Pb. Estos datos se pueden comunicar para elementos no incluidos en los patrones de calibración.

Repetición de medidas de muestras

La trampa de tiempo

La mayoría de los laboratorios prestan especial atención al rendimiento y la productividad de las muestras, pero no consideran el coste que supone tener que medir las muestras más de una vez.

Un fallo de control de calidad durante la ejecución de un método regulado o creado en el laboratorio puede obligar a repetir el análisis del calibrante, de varias soluciones de control de calidad, de un blanco y finalmente de, como mínimo, las diez últimas muestras. Para muestras más complejas, es posible que la repetición del análisis precise repetir la digestión de la muestra y el análisis por ICP-MS. Todo esto supone un considerable coste en tiempo, siendo la repetición de la medida de las muestras una carga significativa, aunque a menudo pasada por alto, para los laboratorios de ICP-MS.

Sin embargo, para muchas de las causas de repetición de la medida de las muestras, existen formas relativamente simples de evitar las potenciales trampas de tiempo y agilizar las operaciones de ICP-MS de rutina.



Las soluciones

Existen muchas causas para tener que medir las muestras más de una vez. Aquí se describen las más frecuentes, junto con el modo de evitar o minimizar su impacto.

Superar los problemas asociados a muestras con alto contenido en matriz

El análisis ampliado de muestras con elevados niveles de sólidos puede producir deriva, causada por la acumulación de depósitos en los conos de interfase. Estos conos pueden ocasionar mala sensibilidad, baja precisión y fallos de control de calidad. Consulte "[Sugerencias para analizar muestras con valores altos de matriz](#)".

La dilución manual de muestras con alto contenido en matriz lleva mucho tiempo, y los diluidores automáticos resultan caros y complejos; además, las diluciones pueden introducir contaminación y errores. El sistema Agilent 7850 incluye el sistema de introducción de muestras de contenido en matriz ultraalto (UHMI) que utiliza gas argón para diluir el aerosol de la muestra, lo que evita el tiempo y el coste que supone la dilución de líquidos convencional. Gracias al uso de UHMI con dilución de aerosol, podrá introducir directamente muestras mezcladas con alto contenido en matriz de hasta un 25 % de sólidos disueltos totales. La UHMI reduce los efectos de la matriz y la deriva, por lo que habrá menos fallos de control de calidad en el análisis, menos posibilidad de que los patrones internos se alejen de las especificaciones, menos necesidad de recalibrar y repetir las medidas y menos problemas relacionados con las muestras (p. ej., supresión)

Evitar el arrastre entre muestras

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 adsorción o "pegajosos", tales como Hg, B, Mo o W. Esta contaminación puede provocar un resultado erróneamente alto. La estabilización de las soluciones de muestras añadiendo HCl durante la preparación de las muestras mejorará la solubilidad y estabilidad de muchos elementos, ayudando a reducir errores debidos al arrastre.

Las funciones de limpieza automatizada que monitorizan la señal durante el ciclo de lavado también pueden ayudar a evitar la contaminación cruzada. El instrumento Agilent 7850 incluye una función de lavado inteligente que bombea automáticamente la solución de lavado hasta que la señal cae por debajo de un umbral definido.

Buscar problemas de rendimiento del instrumento antes de que afecten a los resultados

Realizar una comprobación automatizada del rendimiento del instrumento antes de iniciar los análisis cada jornada permite identificar errores con el instrumento o con las utilidades (p. ej., presión de argón, flujo de agua de refrigeración o funcionamiento del venteo de escape). Estas comprobaciones, realizadas durante la puesta en marcha del sistema, marcan los posibles problemas antes de que afecten al rendimiento analítico.

Si se añade una comprobación del rendimiento posterior al análisis al final de la jornada, se adelantará trabajo, pues los resultados estarán disponibles antes de poner en marcha el instrumento al día siguiente. La comprobación de rendimiento posterior al análisis permite identificar y corregir problemas antes de poner en marcha el instrumento, con lo que se ganará tiempo para la jornada siguiente. El sistema Agilent 7850 permite planificar una comprobación del rendimiento para que se realice antes que ningún lote de muestras, lo que resulta útil para auditar la calidad de los datos. También se puede planificar una comprobación del rendimiento posterior al análisis al final de la cola de análisis.

Evitar ajustes incorrectos del método

La configuración del método instrumental puede afectar enormemente a los resultados. Para evitar estas situaciones, analice un material de referencia certificado (CRM) introducido como muestra de control del laboratorio (LCS) en su lote de muestras. Trate siempre de incluir un CRM con una matriz similar a la de las muestras como parte del proceso de desarrollo de métodos. Debería ser capaz de conseguir buenas recuperaciones a nivel de trazas cuando mida el CRM. Si no puede conseguir buenas recuperaciones a nivel de trazas, se precisará una optimización adicional del método.

El uso de métodos preparados previamente y herramientas de optimización de métodos también resultan útiles para configurar correctamente los métodos. Consulte "[Desarrollo de nuevos métodos](#)" para obtener más información.

Evitar problemas debidos a los tubos de muestras

Si los tubos de la bomba peristáltica presentan fugas o están desgastados o mal ajustados, eso reducirá la precisión de los resultados, lo que puede hacer que se tenga que repetir la medida de las muestras.

El mantenimiento rutinario periódico evita la aparición de problemas en los tubos de la bomba peristáltica. Compruebe la elasticidad, redondez, conexión y tensión de los tubos al principio de cada jornada o cuando lo indique el procedimiento operativo estandarizado. Recuerde desacoplar los tubos de la bomba peristáltica al final de la jornada para 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 evitarán perder tiempo mientras espera a que se acondicionen los nuevos tubos de la bomba. Consulte "[Cuidado de los tubos para bomba](#)" para obtener más información.

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

Minimización de la contaminación

Dada la alta sensibilidad de la técnica ICP-MS, la contaminación puede ser una fuente importante de errores, que provoca la repetición del análisis de las muestras. Consulte "[Evitar problemas de contaminación](#)" para obtener más información.

Tratamiento de interferencias

Diversas fuentes de interferencias pueden provocar inexactitudes en la determinación de elementos traza mediante ICP-MS⁵. La mayor parte de los instrumentos modernos disponen de distintas formas de tratarlas. Por ejemplo, el sistema Agilent 7850 incluye un modo de celda de helio (consulte "[Usar el modo de helio para controlar las interferencias poliatómicas](#)") que elimina prácticamente los errores de los datos debidos a las interferencias poliatómicas, por lo que habrá menos muestras que se vean afectadas por errores basados en la matriz. El modo de colisión de He también ayuda a confirmar la validez de los datos al ofrecer acceso a isótopos de cualificación. Estar seguro de los resultados supone menos presión para repetir el análisis de las muestras con el fin de comprobar los datos cuestionados.

Las interferencias ocasionadas por los iones con doble carga de tierras raras se eliminan mediante un algoritmo de corrección de semimasa. Consulte "[Corregir las interferencias por doble carga](#)".

5. Consulte el método US EPA 200.8 para ver las descripciones de los distintos tipos de interferencias.



Evitar problemas de calibración y muestras fuera de rango

Las calibraciones no lineales y las muestras situadas fuera del rango de calibración son una causa frecuente de repetición de medidas.

El rango dinámico del detector instrumental tendrá un importante efecto sobre la frecuencia de aparición de este problema. Un amplio rango dinámico permite la medida de los elementos principales bajo una configuración estándar del método (sin que se necesite una atenuación a medida), lo que produce menos resultados fuera de rango y fuera de calibración. Consulte "[Evitar problemas de calibración](#)" y "[Evitar errores por superarse el rango](#)" para obtener más información.

Reducción de mezclas de muestras y problemas de preparación

Las mezclas de muestras no deben producirse, pero el personal del laboratorio es humano, y los seres humanos con excesiva carga de trabajo pueden cometer fallos. El simple error de colocar un vial en una posición incorrecta a la hora de cargar las muestras en la gradilla del muestreador automático puede provocar errores difíciles de detectar y de corregir. También puede suceder que se mezclen las gradillas al cargarlas en el muestreador automático.

El uso de un sistema de código de barras de las muestras puede ayudar a minimizar las mezclas. Si se codifica el tubo de ensayo de la muestra justo al comienzo de la preparación de muestras y se utiliza este mismo tubo de ensayo durante todo el proceso de preparación de muestras hasta el análisis, se puede minimizar el problema de la mezcla de muestras. También puede resultar de ayuda el uso de soluciones de control de calidad y de duplicados de la muestra en el análisis.

Reducir el número de veces que se transfiere una muestra de un contenedor a otro también reduce el riesgo de mezclas, además de ayudar a controlar la contaminación. Consulte "[Reducción de los pasos de transferencia](#)" para obtener más información.

Tratamiento de dudas sobre los resultados

Otra causa frecuente de tediosas repeticiones del análisis de las muestras es que se cuestione un resultado. En ocasiones es posible evitar la necesidad de repetir el análisis confirmando el resultado original a partir de datos adicionales recopilados cuando se midió la muestra. Los métodos ICP-MS de Agilent pueden incluir un espectro de masas completo de barrido rápido, que se puede usar para recopilar un espectro de masas completo y calcular una concentración semicuantitativa para todos los elementos de cada muestra. Para la mayor parte de los analitos, se pueden usar isótopos secundarios para confirmar el resultado.

También se pueden utilizar datos de IntelliQuant para identificar errores en la preparación de muestras. Por ejemplo, una señal baja para Cl podría indicar que no se ha añadido HCl durante la preparación de las muestras.

Los datos del espectro de masas completo también pueden resultar útiles a la hora de investigar problemas en las instalaciones. Por ejemplo, supongamos que su centro de producción comienza a tener problemas con el titanio (Ti). Aunque no incluya el Ti en los análisis de muestras habituales, tendrá datos del espectro de masas completo de todos los análisis de muestras y podrá usarlos para ver cuándo comenzó a elevarse el Ti. Posteriormente, la información puede utilizarse para averiguar la causa del problema en la producción.



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

¿No conoce cuál es el patrón interno de su muestra de control de calidad? Las definiciones de estos términos se incluyen en la página 5 del método 200.8 de la Agencia de Protección del Medio Ambiente (EPA) de EE. UU., disponible [aquí](#).

Mantenimiento y tiempo de inactividad de los instrumentos

La trampa de tiempo

Es un error frecuente considerar que el mantenimiento de los instrumentos ICP-MS es difícil, caro y lleva mucho tiempo. Del mismo modo, algunos usuarios piensan que sus instrumentos pueden seguir funcionando correctamente día tras día sin necesidad de mantenimiento. También es habitual que los laboratorios califiquen el tiempo de inactividad de los instrumentos como una de sus mayores frustraciones. Y, sin embargo, los ingenieros de soporte encuentran que el instrumento tan solo necesita limpieza o un ajuste de rutina. Estas sencillas tareas podría llevarlas a cabo el analista, si supiera cómo hacerlas.



Las soluciones

Usar las comprobaciones del rendimiento del instrumento incorporadas

En los laboratorios comerciales con una elevada carga de trabajo y presión para maximizar la productividad, establecer un programa de mantenimiento periódico puede asegurar un rendimiento óptimo de los instrumentos y evitar pequeños problemas que originan un tiempo de inactividad durante los análisis. Una buena estrategia es realizar la comprobación automatizada del rendimiento del instrumento antes de comenzar los análisis cada jornada y al final de los análisis nocturnos sin supervisión. La comprobación de rendimiento confirma el estado del instrumento antes de que comiencen los análisis. Esta comprobación reduce la probabilidad de tener que interrumpir los análisis y repetir el análisis de muestras en caso de que el rendimiento se reduzca durante la jornada. La mayoría de los instrumentos de ICP-MS cuentan con pruebas de rendimiento incorporadas y podrían también someter a prueba suministros tales como la temperatura del venteo de escape o la presión de suministro de gas.

El sistema ICP-MS Agilent 7850 incluye la posibilidad de programar en la cola de análisis una comprobación de rendimiento posterior al análisis, así como realizar las comprobaciones típicas antes del análisis. La comprobación posterior al análisis resulta particularmente útil si se utiliza el instrumento durante la noche. Al volver al laboratorio al día siguiente, los resultados de la comprobación posterior al análisis indicarán si hay que solucionar algún problema antes de comenzar el siguiente análisis. No habrá que esperar el tiempo de calentamiento ni realizar la comprobación anterior al análisis para saber si hay que hacer ajustes o tareas de mantenimiento.

Realización correcta del mantenimiento preventivo

Muchos laboratorios incluyen el mantenimiento y la limpieza de instrumentos en su rutina diaria o en los procedimientos operativos estandarizados. Sin embargo, la periodicidad de estas actividades podría basarse en los valores predeterminados de los instrumentos, en los instrumentos anteriores o en lo que se hacía con otros tipos de muestra diferentes o en otras técnicas analíticas. Es posible que se limpien los conos de interfase o se cambien los tubos para bomba con mucha mayor frecuencia de lo necesario, lo que supone un desperdicio de tiempo y dinero. Por el contrario, los programas de limpieza y mantenimiento documentados en los procedimientos del laboratorio podrían olvidarse o pasarse por alto, en particular cuando el laboratorio está sometido a grandes presiones en términos de tiempo. No realizar estas tareas puede afectar gravemente a los resultados, lo que hace perder tiempo porque se deberá resolver el problema y posiblemente se tenga que repetir la medida de las muestras.

Los instrumentos modernos con frecuencia incorporan autocomprobaciones de estado y otras funciones que avisan cuando hay que realizar una actividad de mantenimiento o de limpieza. Por ejemplo, el ICP-MS 7850 dispone del sistema de mantenimiento preventivo asistido (EMF), que permite la programación de alertas para indicar al analista que realice tareas normales de mantenimiento preventivo. Estas alertas se pueden configurar según los requisitos del laboratorio y pueden basarse en el número de muestras analizadas, en las horas de funcionamiento o en las indicaciones de un sensor. Del mismo modo que los intervalos de servicio de los coches varían en función de las condiciones ambientales y de conducción, el mantenimiento de rutina de los sistemas ICP-MS puede variar según el número y el tipo de muestras. De este modo, podrá programar con mayor precisión los intervalos de servicio, lo que será una mejor manera de mantener el rendimiento del instrumento que simplemente basarse en el tiempo transcurrido. Las alertas se pueden ajustar en función de los tipos de muestra que suele analizar el laboratorio. Por ejemplo, un ICP-MS que analice muestras de agua limpia necesitará un mantenimiento menos frecuente que otro que se utilice para muestras difíciles y con alto contenido en matriz, como los suelos digeridos con ácido.

La otra gran ventaja de la función EMF es que se puede usar como prueba durante una auditoría. Por ejemplo, si un laboratorio tiene un ciclo de tarea de mantenimiento rutinaria de tres semanas pero, durante una de estas semanas, solo se analizan 50 muestras, el mantenimiento se puede retrasar. Si un auditor pregunta por qué no se ha realizado el mantenimiento, se pueden usar los datos de la función EMF para demostrar que el mantenimiento programado no era necesario debido a la menor carga de muestras. En realidad, los laboratorios podrían observar que pueden



El sistema 7850 emplea sensores y contadores de [mantenimiento preventivo asistido](#) (EMF) para determinar cuándo se necesita mantenimiento, en función del tiempo de funcionamiento o del número de muestras medidas. Gracias a las alertas con código de colores como un semáforo no se perderá ninguna tarea de mantenimiento (como cambiar los tubos para bomba, limpiar los conos o cambiar el aceite de la bomba de vacío), pero tampoco las realizará con mayor frecuencia de lo necesario.

desechar totalmente los programas de mantenimiento basados en el tiempo y librarse de los registros de mantenimiento del sistema ICP impresos. La función EMF conserva todos los datos y realiza automáticamente el programa de mantenimiento. Otra interesante característica es que los monitores de mantenimiento están vinculados a guías del usuario y a videotutoriales que indican el modo de realizar la tarea de mantenimiento requerida. Es una fantástica forma de ahorrar tiempo y de asegurarse de que las acciones de mantenimiento se realizan correctamente.

Uso de patrones internos para detectar problemas

La mayoría de los analistas añaden patrones internos a sus muestras de ICP-MS. Sin embargo, muchos usuarios no monitorizan ni comprueban las señales de los patrones internos a menos que no superen el requisito de control de calidad del método. Si las señales del patrón interno comienzan a mostrar deriva, esto normalmente indica un problema dentro de la cantidad de matriz sin disociar que llega a los conos de interfase. Con frecuencia, esto puede resolverse usando el ICP-MS en unas condiciones de plasma más robustas (se optimiza para reducir la relación de CeO^+ o se analiza con un factor de dilución UHMI mayor). De manera alternativa, los contadores de EMF podrían indicar que no se ha llevado a cabo una actividad de mantenimiento programado, lo que produce la deriva de la señal. También se pueden usar las señales del patrón interno para identificar otros problemas relacionados con la muestra, como la supresión de ionización o matriz. Del mismo modo, la optimización para aumentar la robustez del plasma puede reducir o eliminar estos problemas.

Una sencilla forma de evitar solicitudes de servicio

Problemas como la captación lenta, el arrastre, la inestabilidad de los patrones internos y la ausencia de linealidad en las calibraciones suelen motivar llamadas a los servicios de soporte. El tiempo de inactividad asociado con estos problemas con frecuencia puede evitarse con solo añadir HCl de al menos el 0,5 % a las muestras durante su preparación. La adición de HCl incluso soluciona los problemas de lavado y estabilidad asociados con el análisis de mercurio, algo que la mayoría de los analistas piensan que no se puede medir en un ICP-MS. El uso del modo de helio en la celda de colisión/reacción del ICP-MS elimina las posibles interferencias asociadas al Cl que se deben a la adición de HCl.

El cambio periódico de los tubos para bomba peristáltica también puede reducir problemas tales como captación lavado lentos, pues los tubos para bomba viejos pueden adquirir un revestimiento de la superficie que aumenta la adsorción de determinados elementos "pegajosos".



Sugerencias para analizar muestras con valores altos de matriz

Medir muestras con alto contenido en matriz con frecuencia supone la necesidad de una limpieza más frecuente. Si el plasma no está bien optimizado, la matriz no se descompondrá en su totalidad, lo que origina deposiciones en los conos de interfase.

Si las muestras con alto contenido en matriz producen problemas, hay algunas sencillas estrategias que se pueden usar:

- Optimice para mejorar la robustez del plasma (menor CeO). Las condiciones robustas son el valor predeterminado para los sistemas ICP-MS de Agilent, pero muchos usuarios nuevos o que hayan usado sistemas de otros fabricantes podrían no estar familiarizados con ellas.
- Aumente el nivel de dilución, por ejemplo, usando un factor de dilución de aerosol más alto. También se puede emplear la dilución líquida (o bien manualmente o bien usando un accesorio diluidor automático), aunque estos planteamientos pueden añadir tiempo y coste.
- Añada una válvula de conmutación tal como el sistema integrado de introducción de muestras de Agilent (ISIS) para reducir el tiempo que se aspira la muestra y aumentar el tiempo de lavado. Este cambio reducirá la carga global de la matriz en la interfaz y, de este modo, reducirá la deriva, además de proporcionar un aumento importante en el número de muestras analizadas.

Si el problema radica en la presencia de partículas sin disolver, lo que, por ejemplo, provoca frecuentes obstrucciones del nebulizador, puede hacer lo siguiente:

- Filtrar o centrifugar las muestras.
- Ajustar la profundidad de la sonda del muestreador automático para que muestree desde una distancia mayor por encima de la base del tubo, con el fin de minimizar la posibilidad de que la sonda aspire las partículas situadas en la parte inferior del tubo de ensayo.
- Cambiar el tipo de nebulizador que utiliza por otro cuya ruta de muestra tenga un diámetro interno más grande y sea por tanto más resistente a las obstrucciones.

La frecuencia de la limpieza que haga dependerá del tipo de muestras analizadas y del modo de optimización del sistema. Si las soluciones en blanco son bajas, la sensibilidad es suficientemente elevada y la estabilidad es buena, probablemente no necesite limpiar el sistema. Los resultados a largo plazo con frecuencia son mejores si no se vuelve continuamente a un sistema totalmente limpio.



Filtros de jeringa Agilent Captiva

Los filtros Captiva de un solo uso proporcionan altos flujos y capacidades de carga. Están disponibles en una amplia variedad de tipos de membranas y tamaños de poro, para adecuarse a su aplicación. El filtro de disco se acopla en la jeringa, permitiendo que la solución se filtre directamente en un tubo de muestras.

Filtros recomendados para aplicaciones de espectroscopia:

- Captiva Premium, 100/paq., PTFE, poro de 0,45 μm , 15 mm de diámetro (ref. 5190-5085) o 25 mm de diámetro (ref. [5190-5087](#))
- Captiva Econofilter, 1000/paq., PTFE, poro de 0,45 μm , 13 mm de diámetro (ref. 5190-5266) o 25 mm de diámetro (ref. [5190-5268](#))

Aprender a solucionar problemas por su cuenta

Podría solucionar muchos problemas de los instrumentos, si supiera cómo. En realidad, más del 40 % de las solicitudes de servicio de ICP-MS⁶ podrían evitarse si el usuario fuera capaz de realizar tareas básicas de resolución de problemas y llevara a cabo la limpieza y mantenimiento de rutina por su cuenta.

A los usuarios nuevos de ICP-MS se les suelen impartir instrucciones sobre las tareas de mantenimiento rutinarias, aunque muchos no saben cuáles de dichas tareas deben priorizar. Algunos analistas limpian los conos de interfase a diario o como primera respuesta a cualquier problema de rendimiento. Aunque la limpieza de los conos es improbable que reduzca el rendimiento, lleva su tiempo y con frecuencia es innecesaria. Además, hay un período de estabilización después de la instalación de un cono limpio (o nuevo), mientras se reacondiciona la superficie del cono mediante su exposición a la matriz de la muestra. Durante este período, las señales pueden ser menos estables, por lo que dejar puesto un cono puede permitir una puesta en marcha más rápida y una mayor estabilidad. Es preferible realizar el mantenimiento cuando es necesario para mantener el rendimiento que seguir una planificación que no tenga en cuenta el tipo y número de muestras analizadas.

Recursos técnicos tales como la Ayuda en línea, los tutoriales de formación y la documentación del sistema proporcionada con el instrumento ofrecen directrices sobre el modo de mantener el rendimiento. El Centro de ayuda y aprendizaje del sistema ICP-MS 7850 incluye numerosas guías interactivas y videotutoriales sobre cómo realizar tareas de mantenimiento habituales, para mantener correcto el rendimiento del instrumento. Si es capaz de diagnosticar y solucionar los problemas más frecuentes por su cuenta, el instrumento estará operativo y no inactivo mientras espera innecesariamente la llegada de un ingeniero de soporte.



En el Centro de ayuda y aprendizaje del sistema 7850 se incluyen vídeos sobre las tareas más frecuentes.

6. A partir de los datos de solicitudes de servicio Agilent.



Sistema ICP-MS Agilent serie 7850

Libere a su análisis mediante ICP-MS de las trampas de tiempo habituales con el sistema ICP-MS Agilent 7850. Es el modo inteligente de reducir las pérdidas de tiempo, de modo que el atareado personal pueda centrarse en aquellas tareas que aportan valor. El sistema 7850 puede tratar muestra con hasta un 25 % de sólidos, reduciendo así la trampa de tiempo que suponen las diluciones. El instrumento cuenta con una celda de colisión en modo de helio (He) y corrección de semimasa para eliminar tanto las interferencias poliatómicas como las de iones con doble carga, consiguiendo que el desarrollo de métodos sea más sencillo y solucionando una causa frecuente de pérdidas de tiempo: las repeticiones del análisis de las muestras.

Para obtener más información, visite: www.agilent.com/chem/7850icpms

Más información:

www.agilent.com/chem/

Compre 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.

DE44236.3635416667

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publicado en EE. UU., 10 de febrero de 2021
5994-2895ES

