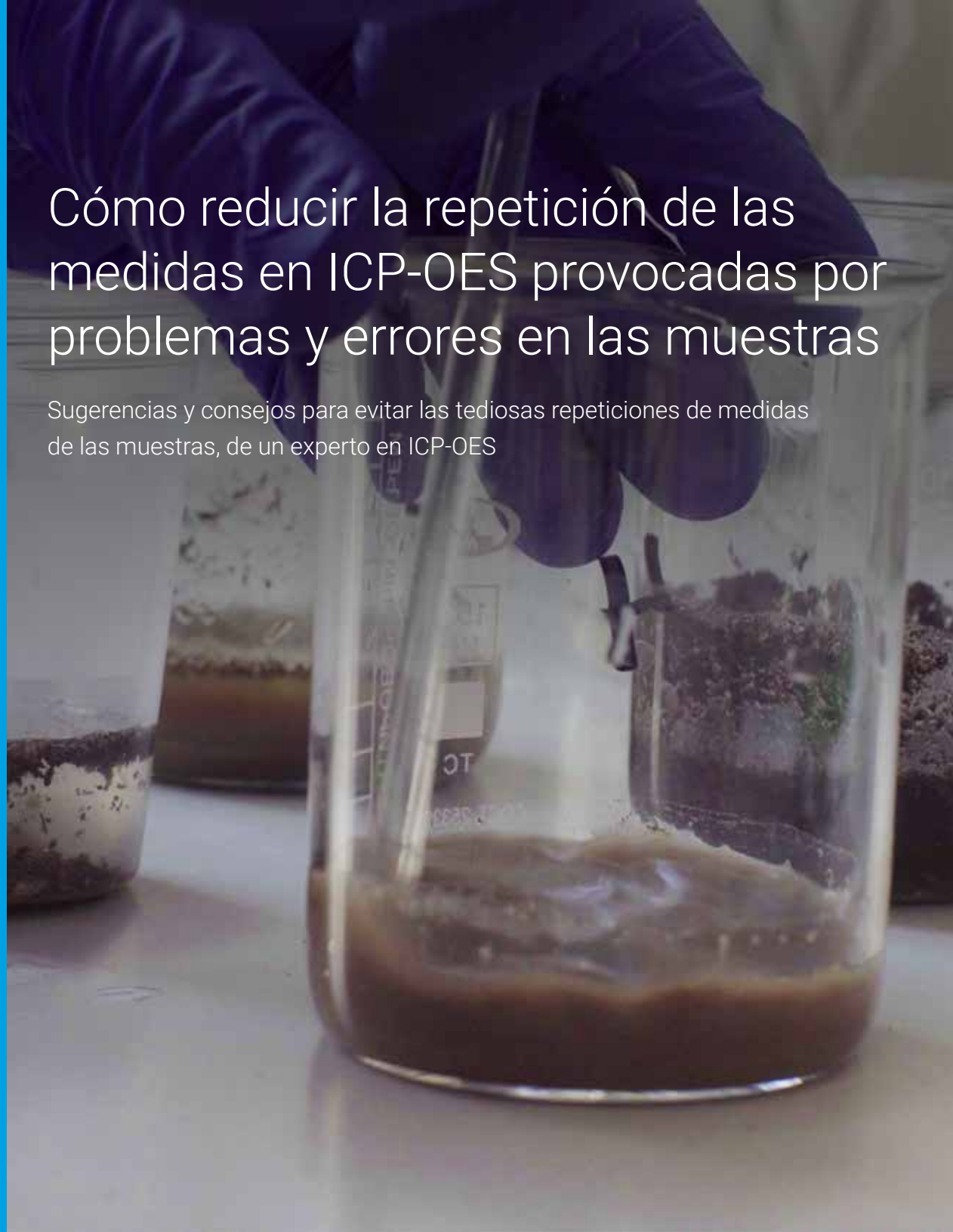


# Cómo reducir la repetición de las medidas en ICP-OES provocadas por problemas y errores en las muestras

Sugerencias y consejos para evitar las tediosas repeticiones de medidas de las muestras, de un experto en ICP-OES



La espectrometría de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) es una técnica consolidada para la medida de elementos en una solución. Esta técnica se usa principalmente en los sectores de minería, alimentación, agricultura, energía, productos químicos, monitorización medioambiental y farmacéutico. Dicha técnica permite medidas sensibles, exactas y precisas de la concentración de elementos en una amplia variedad de tipos de muestras. Desde el análisis de lodos y sedimentos hasta el de agua potable y vino, la técnica ICP-OES es rápida y robusta.

ICP-OES es tan solo una de las distintas técnicas de espectroscopia atómica que ofrece Agilent. Los orígenes de la espectroscopia atómica se encuentran en la espectroscopia de absorción atómica de llama (FAAS), inventada en la década de 1950 y que continúan usando muchos laboratorios en la actualidad. En el otro extremo del árbol de la familia se encuentra la espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS). Esta técnica es conocida por su alta sensibilidad, pues es capaz de medir elementos en niveles de partes por billón.

Aunque la sencilla ley de Beer-Lambert es la base de todas las técnicas de espectroscopia atómica, la mayoría precisan un alto grado de conocimientos y de experiencia para conseguir resultados precisos y reproducibles. Al volverse los instrumentos más sofisticados, pueden reducir el nivel de conocimientos necesarios para realizar el análisis.

Los coches modernos han seguido una pauta de desarrollo similar. Características tales como los frenos antibloqueo, las técnicas de asistencia al conductor y numerosos sistemas de monitorización han reducido el nivel de conocimientos y destrezas que precisa el conductor. La mayoría de las personas ya no lleva la caja de herramientas que se necesitaba para reparar el coche en el siglo XX. De forma similar, los instrumentos ICP-OES actuales ofrecen un abanico de "herramientas inteligentes" que ayudan a los analistas a identificar y solucionar los problemas. Posteriormente, el analista puede realizar acciones para evitar tener que repetir la medida de las muestras.

Los problemas de la técnica ICP-OES se pueden clasificar en tres tipos:

1. problemas causados por las características de la muestra,
2. errores analíticos realizados durante la preparación y medida de las muestras y
3. problemas causados por algún problema del instrumento.

En este libro electrónico, el responsable de marketing de ICP-OES de Agilent Technologies, Ross Ashdown, analiza formas con las que los laboratorios pueden solucionar los problemas de la técnica ICP-OES relacionados con la muestra. Utilizando los métodos de control de calidad habituales y los avances en los instrumentos ICP-OES, los analistas pueden evitar tener que repetir la medida de las muestras y pueden confiar en que obtendrán la respuesta adecuada a la primera.

P:

¿Cuáles son los problemas habituales del sistema ICP-OES que observa en los laboratorios y que están relacionados con las muestras?

R:

Muchos de los problemas están asociados con todas las técnicas de espectroscopia atómica. Van desde fallos que se cometen a la hora de preparar patrones de calibración hasta las mezclas de las muestras, pasando por muestras que tienen una concentración de analitos superior al rango de calibración. También están las interferencias. En todos los análisis ICP-OES, una fuente particularmente problemática de interferencias son las espectrales.



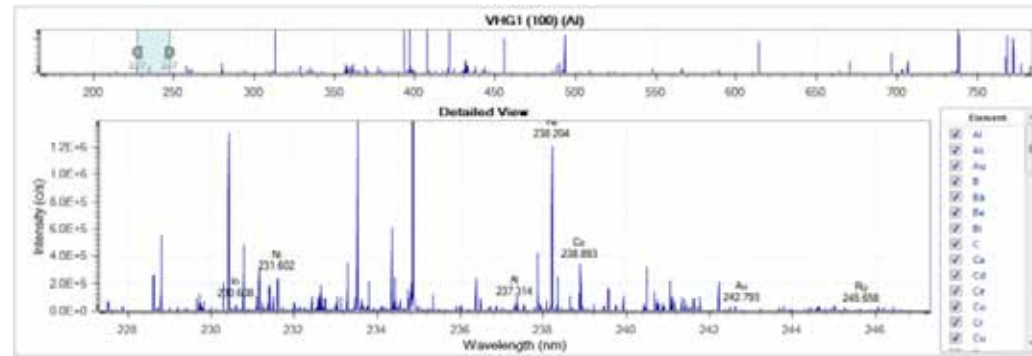
P:

¿Puede hablarnos más sobre las interferencias espectrales?

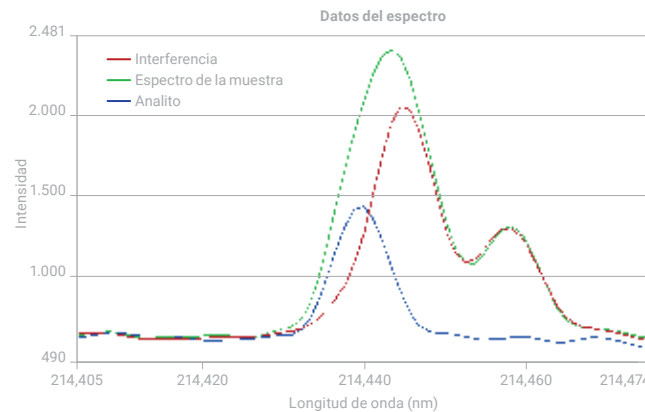
R:

En el rango de longitudes de onda UV-Vis existen decenas de miles de líneas de emisiones de los elementos. Estas líneas se crean cuando un átomo o ion en estado excitado vuelve al estado base. En ocasiones, las emisiones de elementos diferentes de la muestra tienen lugar a longitudes de onda que están próximas entre sí.

Un elemento que bien desconocía que estaba en la muestra o bien estaba presente en una concentración elevada puede provocar un resultado erróneamente alto para el analito de interés. El diagrama adyacente muestra lo que sucede.



En el rango de longitudes de onda UV-Vis (aproximadamente de 160 a 800 nm) existen decenas de miles de líneas de emisiones de los elementos. Aquí se muestran las líneas de emisión en una región de solo 25 nm desde 225 nm hasta 250 nm.



Este diagrama ilustra cómo se produce la interferencia espectral. El analito de interés (mostrado en azul) tiene una línea de emisión situada muy próxima a la de otro elemento (mostrado en rojo). La señal combinada (mostrada en verde) se mide como la emisión para el analito de interés. Esto provoca que se genere un informe con un resultado erróneamente alto para dicho elemento.

# Caso práctico

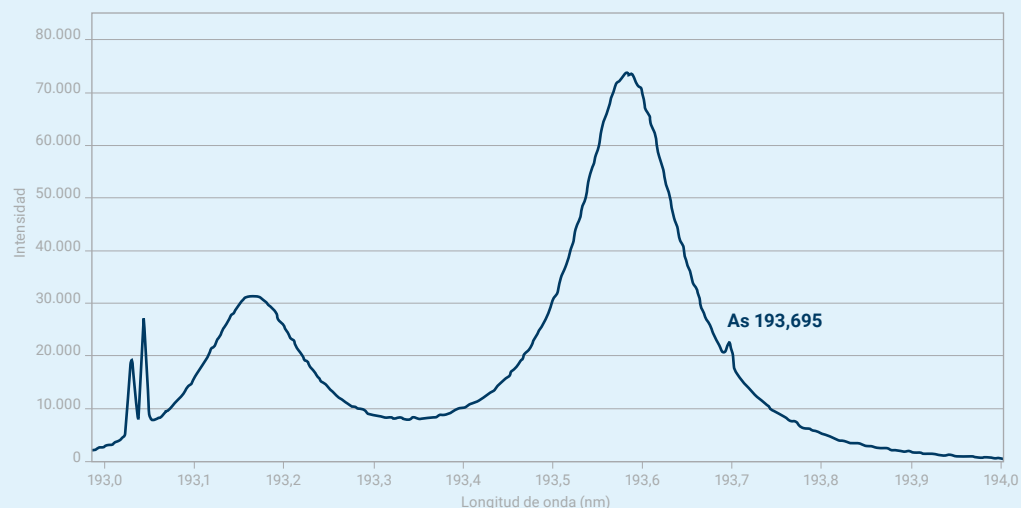
*De acuerdo con la Office of Technical Standards de la US EPA, los laboratorios que miden talio en muestras ambientales indican resultados falsamente altos en prácticamente el 100 % de las veces. Para el arsénico, es del 25 al 50 % de las veces.*

En un informe de la oficina de normas técnicas de la EPA<sup>1</sup> se calculó que los datos ambientales comunicados mediante ICP-OES podrían tener una tasa de falsos positivos del 25 al 50 % para el arsénico. Este fenómeno continúa recibiendo poca atención y no se conoce ampliamente en la comunidad medioambiental.

La toma de decisiones basada en datos con un sesgo de falsos positivos puede ocasionar acciones de respuesta innecesarias y costosas.

La posibilidad de obtener resultados sesgados sobre arsénico mediante ICP-OES se produce porque las líneas de emisión (longitudes de onda) relativamente débiles del arsénico se encuentran próximas a o solapadas con una de las diversas líneas de emisión intensas del aluminio. Mientras que el método US EPA 6010 recomienda la línea de emisión del As a 193,696 nm, la señal de fondo subyacente se ve enormemente afectada por la presencia de un doblete

“autoionizante” (o de recombinación dielectrónica) ancho y superpuesto del aluminio. Esta señal de fondo elevada en última instancia reduce la capacidad de detección del arsénico en muestras con concentraciones elevadas de aluminio. La imagen siguiente muestra de qué modo la línea de emisión de 193,696 nm de una muestra de arsénico de 2 mg/l es apenas visible en una solución que contiene 5.000 mg/l de aluminio.



1. Agencia de Protección del Medio Ambiente (EPA) de Estados Unidos (2001a). OTS Alert #2, Use of the ICP analytical method (CLP SOW ILM04.1, SW-846 6010, MCAWW 200.7) for drinking water samples may result in false positive detections of arsenic, lead, and/or thallium above their respective MCLs. Office of Technical Standards. Washington, DC.

P:

¿Cómo se pueden evitar las interferencias espectrales para garantizar que se obtienen las respuestas correctas para una muestra?

R:

Si un analista sabe, o sospecha, que está sufriendo interferencias espectrales, una primera estrategia sencilla es medir varias líneas de emisión para cada elemento.

Usar una línea de emisión alternativa y evitar la interferencia es una forma de superar las interferencias espectrales en muestras de matriz compleja. Es muy poco frecuente que varias líneas de emisión del mismo elemento tengan interferencias, por lo que si hay varias líneas de emisión con el mismo resultado, se descartan los valores atípicos y se elige el resultado de las demás líneas que proporcionan el mejor rendimiento analítico.

Pero, ¿de qué forma puede identificar el analista la superposición espectral dentro de un conjunto de datos grande y complejo?

“Los sistemas ICP-OES Agilent 5800 y 5900 ICP-OES usan el análisis de datos, programado en ICP Expert, para hacer lo que haría un analista experimentado para identificar interferencias espectrales”.

Los sistemas ICP-OES Agilent 5800 y 5900 cuentan con una función denominada IntelliQuant que captura todas las emisiones de una muestra en todo el rango de longitudes de onda. La función utiliza el análisis de datos para hacer lo que haría un analista experimentado para identificar interferencias espectrales.

Cuando se usan varias longitudes de onda para un elemento, el analista puede fijar un umbral de la DER (%). Si se supera el umbral para una longitud de onda, se avisará al analista. En este caso, el analista podrá usar la calificación por estrellas de IntelliQuant para determinar si hay interferencias en dicha longitud de onda.

IntelliQuant realiza automáticamente una calificación de rendimiento de cada línea de emisión basándose en la proximidad y en la magnitud de la señal de interferencia con la señal del analito, facilitando al analista la comunicación del resultado más exacto.

Para métodos regulados o validados, si un analista sabe que tiene interferencias espectrales, puede preparar soluciones y desarrollar factores de corrección interelemental (IEC) para compensarlos. De forma alternativa, se pueden usar modelos de deconvolución espectral para eliminar la contribución del elemento interferente.



Element	Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
As			188.980	★★★★★	283.68	6054.4	11094.8
			193.696	★	150.48	2685.5	60215.4
			197.198	★	147.53	2780.4	59929.1
			228.812	★	197.55	1659.7	2916.2
			234.984	★	144.97	3122.3	5965.1
			200.334	★	271.94	1674.9	24115.1
			198.971	★	226.05	1179.7	58254.8
			278.822	★	75.87	884.1	12627.4
			175.800	★	276.80	112.1	1368.3
			180.664	★	147.58	112.8	1896.6

IntelliQuant asigna una calificación por estrellas al resultado de cada longitud de onda. Después puede seleccionar con facilidad la mejor longitud de onda que usar para los informes o para ajustar un método. En este caso, la línea de As a 193,696 nm sufre interferencias del Al, por lo que IntelliQuant ha calificado a la línea de 188,980 nm como la mejor para usar.

P:

¿Qué nos puede decir sobre los problemas de calibración?

¿Qué suele ver que hacen mal en los laboratorios?

R:

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

Eliminar los errores humanos es esencial para reducir los errores de calibración. Automatice todo lo que pueda: los diluidores automáticos pueden preparar patrones de calibración. Los patrones multielementales se pueden comprar en vez de prepararlos. Revise sus procesos para que estén a salvo de fallos. Con este fin es adecuado el planteamiento japonés *Poka-yoke*<sup>3</sup>. Documente el proceso final y forme a sus analistas en dicho planteamiento.

Los organismos reguladores como la US EPA impulsan las buenas prácticas analíticas; sus métodos poseen un control de calidad incorporado que ayuda a la hora de encontrar errores de calibración. Por ejemplo los métodos US EPA incluyen

tanto una prueba de verificación de la calibración inicial (ICV) como otra de verificación de calibración continua (CCV). Se utilizan para asegurar la validez de la calibración. Los instrumentos modernos ayudan a configurar métodos que incorporan estas pruebas. Utilice estas medidas de control de calidad para los métodos no regulados con el fin de garantizar la calidad de la calibración.

Una sencilla medida de la calidad de la calibración es el coeficiente de correlación, el valor R. R es una medida de la linealidad de la calibración. Normalmente la calcula el software del instrumento y se presenta en la curva de calibración. Una mejor indicación de la calidad de la calibración es el error estándar relativo % (%RSE). Los laboratorios con contratos de envergadura normalmente establecen límites para este valor con el fin de guiar a sus analistas sobre si una calibración es adecuada o no. Se pueden definir umbrales de alerta dentro del software de los nuevos instrumentos ICP-OES Agilent 5800 y 5900.

Las publicaciones de laboratorio que cubren la espectroscopia son también útiles fuentes de información. Ayudan a mantenerse al día con los instrumentos y las técnicas que pueden ayudar a eliminar los errores de calibración. Los métodos oficiales de análisis de la AOAC y los métodos de la ASTM son también útiles fuentes de información.

Una buena sugerencia para el análisis ICP-OES es usar una longitud de onda menos sensible para un elemento con el fin de aumentar el rango lineal de la curva de calibración. También puede usar la vista radial (de lado) de un ICP-OES de visualización dual para conseguir el mismo fin. Los instrumentos de Agilent recomendarán automáticamente la mejor longitud de onda, basándose en lo que hay en la muestra (que se determina con la función IntelliQuant). Este planteamiento ayuda a evitar tediosas repeticiones del análisis de las muestras debido a resultados fuera de rango.



Los patrones multielementales reducen el riesgo de cometer fallos durante la preparación de disoluciones patrón. Agilent ofrece una amplia variedad de patrones multielementales en:

[www.agilent.com/en/product/chemical-standards](http://www.agilent.com/en/product/chemical-standards)

P:

**¿Sigue siendo la contaminación un problema en los laboratorios en la actualidad?**

R:

Sí, la contaminación continúa causando problemas en el análisis elemental. Obviamente, es un problema más importante en el caso de las técnicas de elevada sensibilidad, como la de ICP-MS, pero la contaminación también afecta a la de ICP-OES. Puede provenir de distintas fuentes.

Las prácticas inadecuadas del laboratorio pueden causar problemas de contaminación, en particular si se buscan niveles de trazas de los analitos en la muestra. Por ejemplo, usted podría querer realizar una digestión ácida en un contenedor de microondas. Si no lava bien el contenedor de microondas después de una muestra anterior, va a obtener un arrastre que contaminará la siguiente muestra.

Puede detectar la contaminación causada por una limpieza incorrecta incluyendo un blanco de preparación en las 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.

*“Un alto contenido de matriz inesperado en el lote de muestras puede provocar la contaminación de la muestra siguiente debido al arrastre de elementos de alta absorción o “pegajosos” tales como boro, molibdeno o wolframio”.*

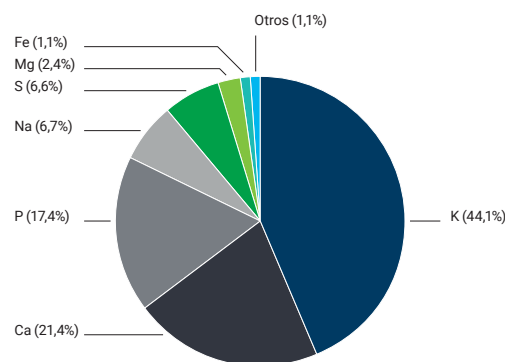
La contaminación también puede introducirla la muestra analizada anterior. Un alto contenido de matriz inesperado en el lote de muestras puede provocar la contaminación de la muestra siguiente con el arrastre de elementos de alta absorción o “pegajosos” tales como boro, molibdeno o wolframio. Estos elementos se adhieren a los componentes del sistema de introducción de muestras. Estas situaciones causan resultados erróneos en las muestras posteriores.

Los instrumentos ICP-OES ofrecen formas de superar la contaminación entre muestras. Algunos ofrecen funciones de limpieza automatizada que monitorizan la señal durante el ciclo de lavado. Los instrumentos ICP-OES Agilent 5800 y 5900 incluyen una función de lavado inteligente que bombea automáticamente la solución de lavado hasta que la señal cae por debajo de un umbral definido.

El uso de estaciones de lavado doble también ayuda con la contaminación procedente de elementos pegajosos. Una solución de lavado será un ácido fuerte o un agente acomplejante que elimine los elementos pegajosos del sistema de introducción de muestras. La segunda solución de lavado debe tener la misma matriz que las muestras que está analizando. Las válvulas de conmutación también pueden ayudar minimizando la exposición del sistema de introducción de muestras a una matriz de la muestra.

Si tiene una muestra totalmente desconocida, merece la pena realizar un barrido rápido para dilucidar qué elementos se encuentran en la muestra y cuál es su concentración.

Los instrumentos Agilent 5800 y 5900 disponen de la función IntelliQuant Screening, que puede determinar rápidamente más de 70 elementos en una disolución. Lleva tan solo 15 segundos por muestra y podría descubrir elementos incompatibles en la muestra. Con esta información, puede cambiar el método para hacer frente a la incompatibilidad. Evitará la pérdida de horas de trabajo preparando y repitiendo medida de las muestras.



La función IntelliQuant Screening de los instrumentos ICP-OES de Agilent puede determinar la concentración relativa de los elementos de una muestra en tan solo 5 segundos.

P:

Ha mencionado que los fallos en la preparación de muestras pueden ser causa de error. ¿Qué se puede hacer con esto?

R:

Los materiales de referencia certificados (CRM) comprados son fantásticos para comprobar si hay problemas en la preparación de muestras (e incluso mezclas). Hay muchos proveedores y vienen en un amplio abanico de tipos de matrices. Normalmente podrá encontrar uno que sea próximo a la matriz de sus muestras. Por ejemplo, se puede utilizar un material de referencia de hoja de tomate para numerosas plantas, pues se trata de una matriz similar.

El material de referencia debe pasar exactamente por el mismo proceso de preparación que sus muestras. Si obtiene resultados que coinciden con los resultados certificados para cada elemento, sabrá que su proceso de preparación de muestras es bueno y que sus resultados serán precisos.



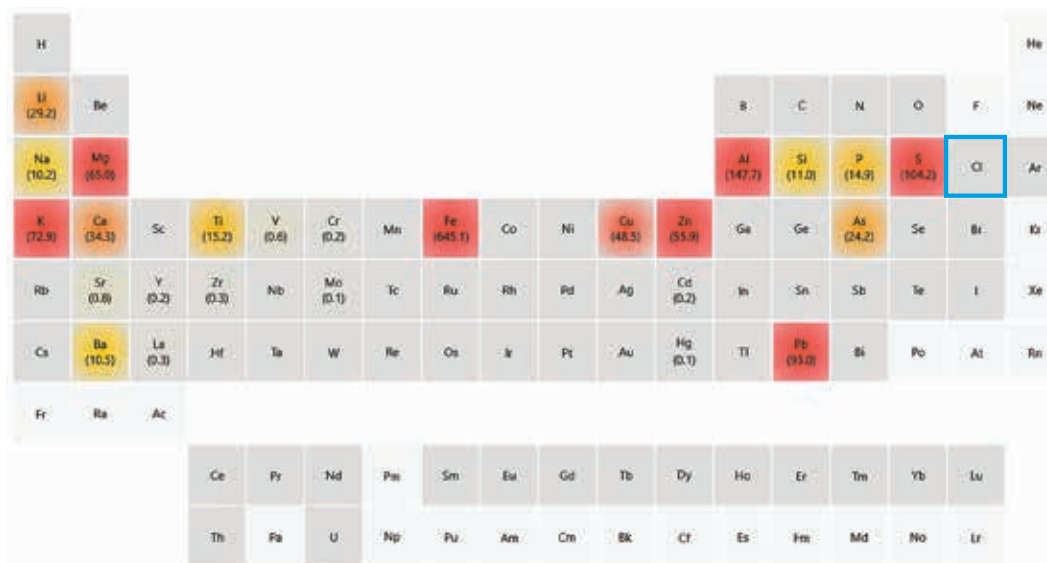
Otra ventaja del uso de una referencia certificada es comprobar si su calibración es buena. Si obtiene los resultados correctos para CRM, puede confiar en su calibración.

Uno de los principales motivos para tener que repetir la medida de las muestras son los errores cometidos durante la digestión con ácidos. En esta situación, alguien olvida incluir uno de los ácidos o incluye un ácido incorrecto. Se trata de una equivocación frecuente por parte de técnicos con exceso de trabajo.

*“Un motivo frecuente para tener que repetir la medida de las muestras son los errores cometidos durante la digestión de la muestra. Un analista con exceso de trabajo puede olvidar fácilmente añadir un ácido o bien añadir un ácido incorrecto. Hay una forma sencilla de detectar este error antes de tener que repetir la medida de muchas muestras”.*

Una buena forma de encontrar estas equivocaciones es monitorizar los elementos que deben estar presentes si se hubiera realizado correctamente el procedimiento de preparación de la muestra. Por ejemplo, si debería haberse añadido ácido clorhídrico, busque el contenido en cloro de las muestras. Para el caso del ácido fosfórico, será el fósforo y para el ácido nítrico, el nitrógeno. Si estos elementos no aparecen en los resultados o si sus niveles no son suficientemente altos, sabrá que alguien olvidó añadir el ácido durante el proceso de digestión.

De nuevo, la función IntelliQuant resulta muy útil para detectar errores en la preparación de muestras. Puede medir la concentración de unos 70 elementos en una muestra. Puede dar un vistazo rápido a la tabla periódica codificada en colores que crea para cada muestra y ver si en ella aparecen los elementos que deberían haber añadido los ácidos durante la digestión. Si de manera rutinaria hace esto para una solución en blanco de la preparación al comienzo del análisis, servirá de sistema de advertencia precoz. Si no aparece cloro o azufre o elemento que debería aparecer procedente del ácido de la digestión, puede interrumpir el análisis antes de perder tiempo analizando muestras incorrectamente preparadas.



¡Vaya! Alguien olvidó poner HCl en la muestra para su digestión. La función IntelliQuant determina hasta 70 elementos en una muestra, mostrando las concentraciones relativas de los elementos como un mapa de calor. Los elementos sombreados en rojo están en alta concentración; los elementos en naranja están en concentración mediana y los amarillos, en concentración baja. Los elementos sin sombreado no se encuentran en niveles detectables en la muestra. En este caso, el cloro no está sombreado, lo que indica que no se ha usado HCl durante la preparación de muestras.

La función IntelliQuant también se puede usar para la resolución de problemas químicos de muestras. Por ejemplo, tanto el plomo como el bario pueden precipitar si hay altos niveles de azufre en una muestra. El azufre se introduce frecuentemente a modo de ácido sulfúrico para la digestión de la muestra. El precipitado aparece en el fondo del contenedor y no se aspira en el plasma. Esta situación provoca la aparición de resultados bajos para estos dos elementos. Si obtiene recuperaciones bajas para el plomo y el bario en sus muestras de material de referencia certificado, puede usar la función IntelliQuant para la resolución de problemas. Si muestra altos niveles de azufre y bajos niveles de plomo y bario, ahí tendrá la respuesta a su problema.

Los proveedores de los materiales de referencia estándar aportan mucha información sobre las incompatibilidades químicas. Puede usar esta información durante el desarrollo de métodos o si está resolviendo problemas con los resultados que obtiene.



Periodic Table   Details   Graph(Pie)   Graph(Bar)

Ba and Pb 1 ppm H2SO4 1%

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S (+1000)	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mu	Tu	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba (0.8)	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb (0.7)	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Niveles altos de azufre provocan la precipitación de sulfato de bario y sulfato de plomo, por lo que aparecerán resultados incorrectamente bajos para Ba y Pb.

P:

¿Qué sucede con las mezclas de muestras?

¿Cómo pueden evitarse?

R:

En cuanto a las mezclas de muestras, la principal causa es mezclar las muestras al colocarlas en la gradilla del muestreador automático. Mezclar las gradillas al cargarlas en el muestreador automático también puede suponer un problema.

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. El software ICP Expert de Agilent es compatible con lectores de códigos de barras. Esto ayuda a reducir las mezclas de muestras que posteriormente conducen a la repetición de la medida de la muestra. También puede resultar de ayuda el uso de soluciones de control de calidad y de duplicados de la muestra en el análisis.

Algunos laboratorios han comenzado a realizar 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. De este modo se elimina el paso de transferencia de muestras, con lo que se reduce la posibilidad de una mezcla. Si el tubo de digestión tiene un código de barras, puede transferirlo directamente a la gradilla del muestreador automático y añadir la muestra al lote de forma automática.



P:

Las muestras con valores altos de matriz siempre han sido difíciles de analizar con la mayoría de las técnicas atómicas. ¿Qué innovaciones ha observado para facilitar este análisis?

R:

Los analistas con frecuencia tenemos que realizar la digestión de una elevada cantidad de muestras para obtener buenas recuperaciones en los elementos a nivel de trazas de dicha muestra. Las trazas de mercurio en muestras alimentarias o las de oro en muestras de minerales son un buen ejemplo de esta situación. Este planteamiento puede hacer que la muestra presente un contenido de sólidos disueltos totales superior al 20 %. Estos sólidos pueden hacer estragos en el sistema de introducción de muestras y en la antorcha de un sistema ICP-OES, pues se acumulan y provocan obstrucciones.

El principal cambio en los instrumentos ICP-OES que ayuda con el análisis de estas muestras de alto contenido en matriz es la antorcha vertical. Una antorcha horizontal sufrirá rápidamente por la acumulación de sales al aspirar muestras de alto contenido en matriz. Las antorchas verticales presentan mucha mayor resistencia ante este problema.

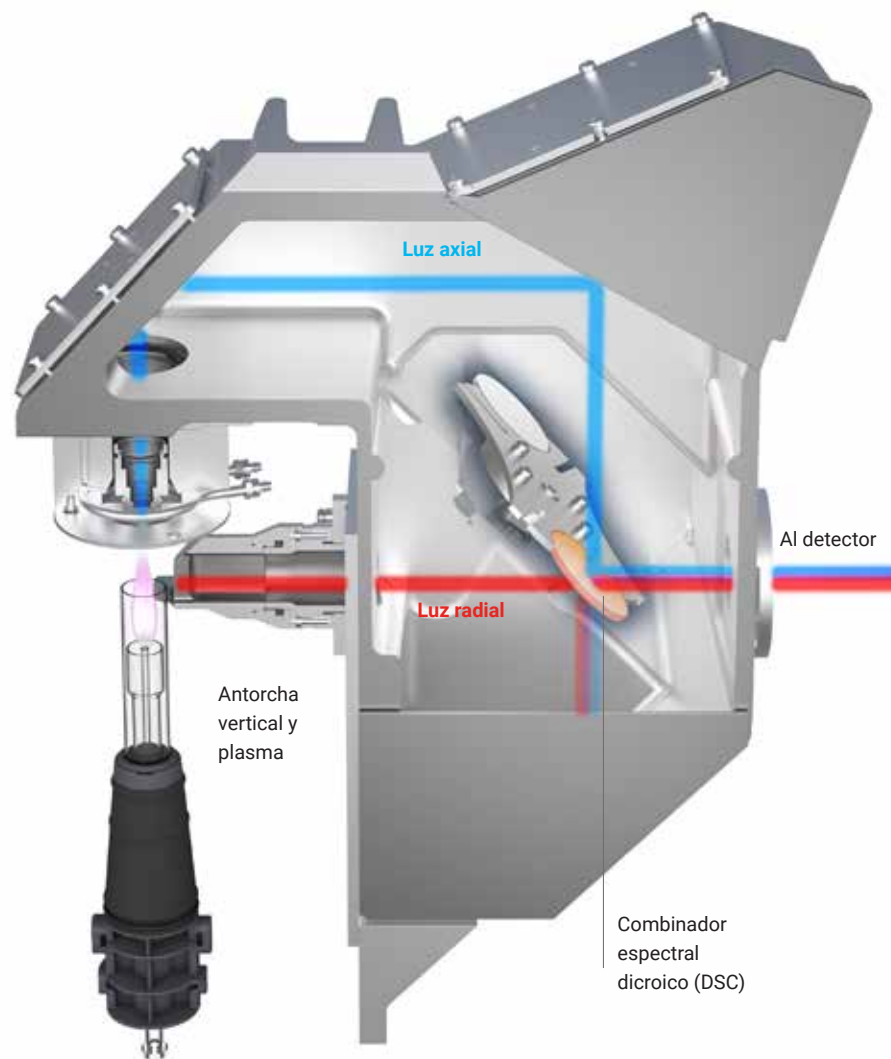
La mayor parte de los instrumentos ICP-OES son ahora de visualización dual. Puede optar entre usar una visión axial de la antorcha o una visión radial, en función del elemento que busque. Una visión axial captura la luz mirando hacia abajo en toda la longitud del plasma. Una visión radial captura la luz lateralmente en el plasma. La visión radial es mejor para elementos que emiten mucha luz o que es probable que se encuentren en alta concentración. Por el contrario, con la visión axial se captura más luz de elementos que emiten poco o que se encuentran en el nivel de trazas. El problema es que cambiar de visión durante un análisis puede suponer mucho tiempo. Hemos solucionado esta cuestión con un inteligente diseño óptico, que introdujimos por primera vez en nuestro instrumento 5100 y ahora incorporamos en nuestro instrumento 5900.



*“El principal cambio en los instrumentos ICP-OES que ayudan con el análisis de estas muestras de alto contenido en matriz es la antorcha vertical, con la opción de una visión radial o axial. Una antorcha horizontal sufrirá rápidamente por la acumulación de sales al aspirar muestras de alto contenido en matriz. Las antorchas verticales presentan mucha mayor resistencia ante este problema”.*

Hemos inventado un componente óptico especial denominado combinador espectral dicróico. Se incluyó en nuestro instrumento 5110 y viene de serie en el instrumento 5900. Este componente puede capturar la luz tanto de la visión axial como de la visión radial de la antorcha de forma simultánea (véase la figura, al lado). Cuando está configurando el análisis, el instrumento selecciona automáticamente la visión del plasma que se debe usar para cada elemento que se seleccione. Digamos, por ejemplo, que está analizando elementos abundantes tales como potasio y sodio, así como niveles de trazas de magnesio y boro. La situación es frecuente en el caso de muestras agrícolas. El instrumento 5900 seleccionará automáticamente una visión radial para la medida de potasio y sodio y una visión axial para los elementos traza.

La función IntelliQuant Screening de Agilent también resulta útil en esta situación. Se puede usar para realizar un cribado rápido de las muestras y ver qué elementos se encuentran en ella y en qué proporciones. Después solo hay que ajustar el método, o diluir la muestra, para solucionar problemas como que las muestras se encuentren más concentradas que el rango de calibración.



El instrumento ICP-OES Agilent 5900 incluye un componente óptico especial, el combinador espectral dicróico (DSC), que se muestra en color naranja en este diagrama. Permite la emisión tanto de la vista axial como radial del plasma para su medida simultánea. Este planteamiento supone un enorme ahorro de tiempo en comparación con tener que medir cada visión de manera independiente.

*“Si olvida rellenar la botella de patrón interno, el monitor del patrón interno resaltará este problema”.*



Monitoree en directo todos sus patrones internos a través de una pantalla gráfica para conocer rápidamente lo que está sucediendo en la muestra. En este ejemplo, vemos la monitorización de 2 patrones internos (línea roja = Sc; línea azul = Y) durante un análisis. La caída de la línea de tendencia por debajo de una relación de 1 indica una posible supresión de la señal, lo que avisa al operador de que se necesitará una corrección del patrón interno para dicha muestra.

Los patrones internos se usan con frecuencia para el caso de las muestras con alto contenido en matriz. Esto se da particularmente si los patrones de calibración no tienen una buena coincidencia de matriz con las muestras. Al monitorizar los resultados de los patrones internos, el software corregirá automáticamente los resultados de la muestra con relación a la posible supresión de la señal causada por las muestras con alto contenido en matriz.

Los instrumentos Agilent 5800 y 5900 tienen una función que monitoriza y muestra la tendencia en la emisión del patrón interno durante un análisis. Si ve que la emisión del patrón interno

se reduce, sabrá que la señal está siendo suprimida por las muestras con alto contenido en matriz. Puede confiar en la corrección de patrón interno automatizada o bien diluir la muestra para reducir esta supresión.

El monitor del patrón interno también es adecuado para el analista con exceso de carga de trabajo que tiene que usar varias funciones al mismo tiempo. Los entornos estresantes por la elevada carga de trabajo facilitan el olvido de algunas pequeñas tareas. Puede pasar que olvide rellenar la botella de patrón interno. Si se agota el patrón interno, el monitor de patrón interno mostrará una bajada.

También hemos introducido otra función denominada Outlier Conditional Formatting (OCF). Con esta función, puede definir un valor umbral para los resultados del patrón interno; los resultados que queden fuera de este umbral se marcarán de manera inmediata.

Las muestras con alto contenido en matriz pueden provocar la deposición de partículas cristalinas sobre los componentes del sistema de introducción de muestras. Estos cristales formarán obstrucciones gradualmente y reducirán la señal analítica. Los nebulizadores bloqueados pueden provocar el fallo de ICP-OES y la posterior necesidad de repetir la medida de la muestra. La función “Neb Alert” de los instrumentos Agilent 5800 y 5900 utiliza sensores inteligentes que monitorizan la presión de argón del nebulizador. Si se produce la obstrucción del nebulizador, se avisará al analista. Las pérdidas procedentes de una línea de gas del nebulizador también activan una alerta.



Asimismo, hemos incorporado funciones inteligentes en los instrumentos Agilent 5800 y 5900 que facilitan una nueva función denominada Early Maintenance Feedback (EMF). Esta función permite definir alertas para métricas basadas en el uso del instrumento.

Esta función permite definir alertas para recordar al analista cuándo debe:

- limpiar la antorcha, la cámara de nebulización y el nebulizador,
- cambiar los tubos para bomba,
- limpiar o cambiar la ventana de preóptica,
- limpiar la válvula de conmutación,
- realizar una calibración de la longitud de onda.

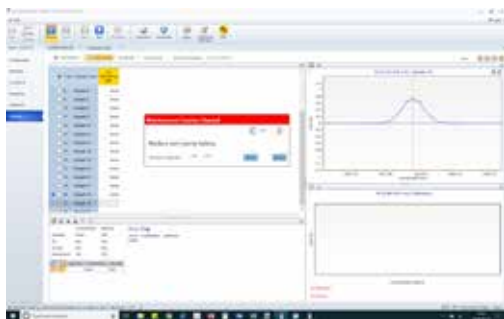
Estas alertas se basan en el uso más que en unos intervalos de tiempo definidos, con lo que podrá optimizar su programa de mantenimiento.

P:

¿Qué otra monitorización incorporada ofrecen los instrumentos modernos para ahorrar tiempo en el laboratorio?

R:

La mayor parte de los laboratorios realizan tareas de limpieza y mantenimiento en función de un programa basado en el tiempo para reducir la incidencia de fallos de control de calidad. No obstante, para laboratorios con una carga de muestra variable, esto podría suponer la limpieza tras tan solo 100 muestras en una semana. Para un laboratorio con un gran volumen de trabajo, esto podría suponer la limpieza después de medir 5.000 muestra en una semana. Es mucho mejor programar el mantenimiento en función del uso, igual que cuando hacemos la revisión al coche.



Los instrumentos ICP-OES 5800 y 5900 disponen de una función de seguimiento inteligente del estado del instrumento. Se le pedirá que realice actividades de mantenimiento en función del número de muestras que ha fijado como umbral.



P:

Las muestras que superan el rango de calibración son otro problema que se tiene desde hace tiempo. ¿Hay alguna novedad que nos pueda ayudar?

R:

Habitualmente, el analista que observa una muestra fuera de rango tiene que diluir la muestra y repetir su análisis. Si se están analizando muchas muestras desconocidas o atípicas, esto puede suponer mucho tiempo para diluir y volver a analizar las muestras.

Los actuales instrumentos de ICP-OES normalmente permiten seleccionar varias líneas de emisión para los elementos que se están midiendo y, como hemos mencionado anteriormente, esto es una práctica recomendada para todos los métodos. Si se satura la línea de emisión de interés, se puede pasar a una línea menos sensible para dicho analito. De este modo se evita tener que diluir la muestra. Tendrá que analizar un patrón superior, para comprobar la linealidad, pero ahorrará tiempo al no tener que diluir la muestra y volver a analizarla.

De nuevo, nuestra función IntelliQuant resulta impagable en esta situación. Mediante el uso de IntelliQuant Screening para previsualizar las muestras, puede determinar rápidamente si hay alguna concentración elevada de algún elemento en particular. A continuación, puede optar por diluir una muestra antes de su análisis o bien cambiar a una línea menos sensible para dicho elemento. IntelliQuant le recomendará la longitud de onda que debe usar basándose en lo que encuentre en la muestra.

Hay diluidores automáticos como ESI prepFAST que diluirán automáticamente una muestra si está fuera de rango. Si el instrumento marca una muestra como fuera de rango, prepFAST incluirá automáticamente dicha muestra al final del análisis, diluida en la cantidad adecuada para llevarla al rango de calibración. Si ha usado IntelliQuant para determinar la concentración estimada del elemento en una muestra, puede configurar un nivel de dilución predeterminado. Si tiene que diluir y repetir la medida de las muestras con mucha frecuencia, estos sistemas se amortizan solos.



*“Si se satura la línea de emisión de interés, se puede pasar a una línea menos sensible para dicho analito y evitar la necesidad de diluir”.*

# ¿Qué sistema ICP-OES satisface mejor sus necesidades?



## Sistema ICP-OES Agilent 5800

El sistema 5800 cuenta con todo un ecosistema de sensores incorporados y potentes procesadores, con algoritmos y diagnósticos inteligentes que identifican problemas que puedan afectar a los resultados, predicen cuándo es necesario realizar tareas de mantenimiento y automatizan la resolución de problemas. Trabajando siempre entre bastidores, el sistema 5800 piensa como un experto y puede hacer recomendaciones y resolver problemas antes de que se produzcan. Esta función inteligente reduce el número de repeticiones de medidas de muestras y le permite obtener resultados más fiables.

Para obtener más información, visite:  
[www.agilent.com/chem/5800icpoes](http://www.agilent.com/chem/5800icpoes)

## Sistema ICP-OES Agilent 5900

El sistema 5900 incluye las funciones inteligentes del 5800, pero ofrece el menor tiempo de medida de las muestras de todos los sistemas ICP-OES, con lo que podrá aumentar sus ingresos. Gracias a la alta velocidad de medida de muestras, el uso de argón es mínimo, con lo que se consiguen más beneficios para el laboratorio y se obtienen unos resultados que podrá compartir con sus clientes con toda confianza.

Para obtener más información, visite:  
[www.agilent.com/chem/5900icpoes](http://www.agilent.com/chem/5900icpoes)

Más información:

**[www.agilent.com/chem/](http://www.agilent.com/chem/)**

Tienda on-line:

**[www.agilent.com/chem/store](http://www.agilent.com/chem/store)**

Obtenga respuestas a sus preguntas técnicas y  
acceda a recursos en la Comunidad Agilent:

**[community.agilent.com](http://community.agilent.com)**

España

**901 11 68 90**

**[customercare\\_spain@agilent.com](mailto:customercare_spain@agilent.com)**

Europa

**[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)**

Asia-Pacífico

**[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)**

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

Agilent Technologies, Inc. 2019

Publicado en EE.UU., 23 de octubre de 2019

5994-1278ES