

Conos de interfase Agilent para sistemas ICP-MS



Estudio comparativo

Los sistemas Agilent de espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) utilizan una innovadora tecnología para ofrecer una excelente sensibilidad, precisión y productividad y son increíblemente fáciles de usar. Los sistemas de ICP-MS cuadrupolo Agilent serie 7800 y 7900 proporcionan la tolerancia a diferentes matrices más elevada, el rango dinámico más amplio y la eliminación de interferencias más eficaz para los elementos a nivel de trazas en la mayoría de las aplicaciones más habituales. El sistema ICP-MS de triple cuadrupolo (ICP-QQQ) Agilent 8900 incluye el funcionamiento MS/MS, que proporciona un control específico de los procesos de la celda de reacción para garantizar que los resultados sean lo más coherentes y precisos posible. Esta capacidad soluciona los problemas de interferencias que no conseguían resolver los sistemas ICP-MS de sector magnético de alta resolución ni los clásicos de cuadrupolo simple.

El diseño de la fuente de plasma y la interfase de vacío es crucial para el rendimiento general de los sistemas ICP-MS. Los conos de interfase de alta calidad son elementos esenciales para lograr unos resultados óptimos, ya que aportan sensibilidad y estabilidad al sistema ICP-MS. La gama de conos de interfase con puntas de níquel (Ni) y de platino (Pt) proporcionan el nivel de prestaciones analíticas que requieren nuestros sistemas ICP-MS de cuadrupolo simple y de triple cuadrupolo (Figuras 1 y 2).

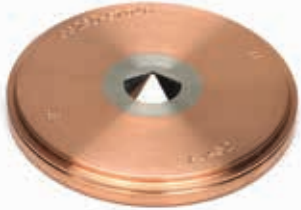


Figura 1. Cono de muestreo de Ni con base de cobre genuino de Agilent.



Figura 2. Cono skimmer de Ni genuino de Agilent.

Factores que influyen en el rendimiento de los conos de interfase

Uno de los requisitos fundamentales de los conos de interfase es la precisión y exactitud de las dimensiones de las puntas y del orificio que garantizan la sensibilidad del instrumento. El material del cono debe tener la pureza necesaria para evitar tanto la señal de ruido de fondo como la contaminación. La masa de cada cono debe estar perfectamente controlada y ser coherente para asegurar que la temperatura de funcionamiento en la punta es la adecuada, lo que garantiza la estabilidad de la señal a largo plazo.

El rendimiento de los conos de interfase de diferentes fabricantes puede, por tanto, mostrar una variación significativa, algo que puede repercutir negativamente en la precisión y fiabilidad de los resultados de los análisis ICP-MS. Los problemas de rendimiento habituales pueden ser:

- Una sensibilidad reducida, que puede conllevar límites de detección más altos.
- Un ruido de fondo elevado, que rebaja la concentración equivalente de fondo (BEC).
- Una deriva en el instrumento durante el ciclo de análisis de un lote de muestras, lo que puede provocar fallos en el control de calidad y hacer que sea necesario volver a calibrar el instrumento y repetir los análisis de la muestra.
- Un incremento de los procesos de limpieza por el exceso de depósitos de la matriz en el cono, lo que aumenta el tiempo de inactividad de los instrumentos y reduce la productividad del laboratorio.
- Una reducción de la vida útil del cono, que conlleva un aumento del coste de los análisis y repercute en la rentabilidad del laboratorio.

En este resumen se comparan los conos de interfase (de inyector y de tipo skimmer) de diferentes proveedores, prestando especial atención a los aspectos esenciales del rendimiento analítico de los sistemas ICP-MS.

Desarrollo de los conos de interfase de Agilent

La interfase para sistemas ICP-MS engloba una etapa reductora de vacío que se ubica entre dos placas de metal cónicas, que se conocen como conos de interfase (Figura 3). Estos conos inyectan los iones que se producen en el plasma de argón a presión atmosférica y facilitan su transporte hasta las lentes de extracción, que transfieren los iones cargados positivamente al espectrómetro de masas con nivel de vacío bajo. El primer cono se denomina «de muestreo» y el segundo, «cono skimmer».

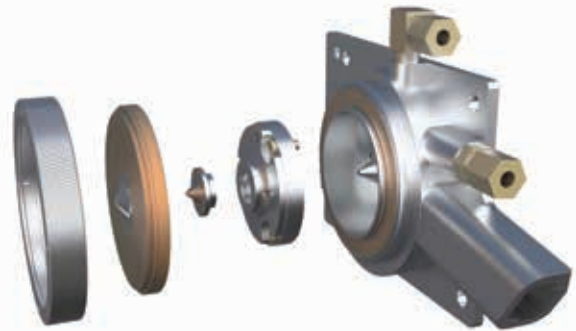


Figura 3. Zona de interfase del sistema ICP-MS de Agilent que muestra los conos de interfase (de muestreo y de tipo skimmer) y la base skimmer.

Ambos representan elementos esenciales para el rendimiento de los sistemas ICP-MS, por lo que los conos de interfase de Agilent se diseñan y se fabrican de acuerdo con unas especificaciones extremadamente estrictas. Los conos se prueban minuciosamente para garantizar que su calidad es óptima, que contribuirán a aumentar el rendimiento del instrumento al máximo y que será posible reproducir los resultados de un lote a otro.

Los ingenieros de Agilent, que se basan en 30 años de experiencia en el diseño de sistemas ICP-MS, desarrollan los conos de interfase junto con las lentes de extracción para aumentar la transmisión iónica y mejorar la tolerancia a diferentes matrices. Tanto las dimensiones del orificio del cono como la geometría de la punta se optimizan y someten a estrictos controles. Nuestros conos, que cuentan con puntas estándar de Ni o de Pt (opcionales), contienen materiales de gran pureza para reducir al máximo la señal de ruido de fondo y garantizar la adecuación y estabilidad durante su funcionamiento cuando se utilizan ácidos agresivos y plasma a alta temperatura.

Producción de los conos de interfase de Agilent

El proceso de producción de los conos para sistemas ICP-MS es extremadamente complejo y se lleva a cabo conforme a las tolerancias más estrictas. En este proceso se utilizan varias aleaciones que unen de forma continua la punta al material de la base del cono.

La producción de estos conos la llevan a cabo operarios con experiencia que utilizan un equipo de última generación. Para garantizar que los conos cumplen las más estrictas especificaciones, en su fabricación se utilizan tornos, fresadoras y mecanizado de electroerosión muy avanzados.

La unión segura y precisa de la punta es un factor esencial del diseño y se consigue mediante una soldadura con haz de electrones que garantiza el contacto permanente de la punta con el material de la base.

La materia prima de platino se somete a un estricto análisis externo para asegurar que la pureza del material cumple con las especificaciones de Agilent. Las muestras analíticas de los materiales de Pt y Ni de cada lote se conservan para llevar a cabo inspecciones posteriores. La trazabilidad de cada cono producido es posible gracias a un número de serie que lo asocia a la materia prima y a todos los procesos de fabricación, incluida la cadena de custodia.

Por último, los conos se someten a una rigurosa inspección de calidad al 100 % antes de su envío.



Metodología de pruebas de los conos de interfase

Los resultados que se presentan en este estudio se basan en una serie de pruebas que se llevaron a cabo en 2018 en el Spectroscopy Technology and Innovation Centre de Agilent en Melbourne (Australia). La evaluación estuvo respaldada por el equipo de Investigación y desarrollo de los instrumentos Agilent para ICP-MS ubicado en Hachioji, en Japón (Figura 4).

Durante los análisis se utilizó un modelo de producción del sistema ICP-MS 7900 con configuración estándar y lente x (Figura 5). Las pruebas de cualificación del sistema se llevaron a cabo mediante las pruebas estándar de fabricación e instalación del instrumento.



Figura 5. Las pruebas de rendimiento de los conos de muestreo y skimmer se realizaron mediante un sistema para ICP-MS de cuadrupolo simple Agilent 7900.



Figura 4. Instalaciones de Agilent: a la izquierda, Melbourne (Australia) y a la derecha Hachioji, en Tokio (Japón).

La comparativa se centró en los conos de muestro y skimmer estándar de níquel que se utilizan en el sistema ICP-MS 7900, ya que son los tipos de conos que más se emplean en las aplicaciones rutinarias de los sistemas ICP-MS. Cada cono de muestro y cada cono skimmer se probaron por parejas del mismo proveedor. Proveedores de todo el mundo que habitualmente suministran los conos para los instrumentos Agilent ICP-MS fueron los encargados de proporcionar las piezas. Para garantizar que los resultados que se presentan en este estudio fuesen representativos en cuanto al nivel de prestaciones analíticas y para poder comprobar la reproducibilidad, se utilizaron y analizaron varios conos de cada fabricante. Además, se evaluaron las tolerancias de producción para comprobar la repercusión que podían tener en el rendimiento del instrumento. En la Tabla 1 se enumeran los conos de interfase que se probaron en este estudio comparativo.

Tabla 1. Conos de interfase que se han probado en el estudio comparativo.

Proveedor	Tipo de cono	Cantidad	Números de serie
Agilent	De muestro de Ni	5	FE760, FF092, FF068, FF070, FE785
	Skimmer de Ni	5	EL568, EV784, FA648, FB975, GE895
Proveedor E	De muestro de Ni	3	85864, 85867, 85868
	Skimmer de Ni	3	87640, 87641, 90112
Proveedor G	De muestro de Ni	5	S281859, S281855, S281849, S281854, S281848
	Skimmer de Ni	5	S281928, S281931, S281952, S281929, S281934
Proveedor I	De muestro de Ni	3	74537, 74538, 74539
	Skimmer de Ni	3	74534, 74535, 74536
Proveedor S	De muestro de Ni	1	Ni72280
	Skimmer de Ni	1	Ni71833

Cada uno de ellos se sometió a una inspección de calidad inicial en el estado en el que se recibieron y se compararon sus embalajes. Durante esta inspección de calidad se midieron tanto su peso como las dimensiones fundamentales de cada uno de los conos y se compararon con los de los conos genuinos de Agilent.

Las parejas de conos de interfase se probaron en el sistema ICP-MS 7900 y se compararon con los criterios de rendimiento publicados que se enumeran en la Tabla 2. Las condiciones del instrumento para realizar las pruebas de rendimiento se muestran en la Tabla 3.

Tabla 2. Criterios y especificaciones de la prueba de rendimiento para el sistema ICP-MS 7900 con el que se comparan las parejas de conos de interfase.

Especificación (unidades)	Elemento (m/z)	Especificaciones de fábrica del 7900	Rendimiento habitual del 7900
Sensibilidad (Mcps/ppm)	Li (7)	> 55	> 140
	Co (59)	-	> 400
	Y (89)	> 320	> 600
	In (115)	-	> 700
	Tl (205)	> 250	> 520
	U (238)	-	> 720
Ruido de fondo (cps)	(9)	< 1	< 0,3
Límites de detección (ppt)	Be (9)	< 0,2	< 0,05
	In (115)	< 0,05	< 0,02
	Bi (209)	< 0,08	< 0,02
Relación de óxidos (%)	(156/140)	< 1,5	< 1,8
Relación por doble carga (%)	(70/140)	< 3	< 2,5
Estabilidad a corto plazo [20 minutos] (% DER)	Li (7), Y (89), Tl (205)	< 2,0	< 1,0
Estabilidad a largo plazo [2 horas] (% DER)	Li (7), Y (89), Tl (205)	< 3,0	< 1,2

Tabla 3. Condiciones del instrumento empleadas para las pruebas de los conos de interfase de Ni en el instrumento ICP-MS Agilent 7900 con lente x.

	Sensibilidad	Sensibilidad-perfil de relación de óxidos	Ruido de fondo	Estabilidad de la señal a corto plazo	Estabilidad de la señal a largo plazo
Condición predefinida del plasma	Matriz baja	No disponible	Matriz baja	Matriz baja	Matriz baja
Modo ORS	Sin gas	No disponible	Sin gas	Sin gas	Sin gas
Sintonización de lente iónica	Sintonía	No disponible	Sintonía	Sintonía	Sintonía
Solución	Solución de sintonía 1 ppb Ref. 5185-5959	Solución de sintonía 1 ppb Ref. 5185-5959	Agua ultrapura	Solución de sintonía 1 ppb Ref. 5185-5959	Solución de sintonía 1 ppb Ref. 5185-5959
Masa medida	⁷ Li, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹¹⁵ In, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl, ²³⁸ U, ⁷⁰ Ce ⁺⁺ , ¹⁵⁶ CeO	¹⁴⁰ Ce, ¹⁵⁶ CeO	Espectro completo	⁷ Li, ⁹ Bkgd, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl	⁷ Li, ⁹ Bkgd, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl
Método	Informe de sintonía de monitorización de señal	Corrección de plasma	Análisis semicuantitativo	Lote: 20 minutos	Lote: 2 horas

Los conos se sometieron a una primera prueba tal y como se habían suministrado y se volvieron a probar posteriormente una vez acondicionados mediante el proceso que se recomienda a los laboratorios medioambientales que analizan muestras con alto contenido en matriz. En la Tabla 4 se enumeran los procedimientos de acondicionamiento previos utilizados.

Tabla 4. Procedimiento de acondicionamiento previo del cono.

Paso	Solución	Condiciones	Tiempo
1	Solución A de verificación de interferencias 6020 al 10 % (v/v) con ref. 5188-6526 diluida en agua ultrapura	Modo de plasma predefinido «Uso general»	30 minutos
2	Lavado de HNO ₃ al 5 % (v/v)		10 minutos

Resultados y comentarios

Empaquetado

El empaquetado de los conos de Agilent se ha diseñado para proporcionar una protección óptima a los conos durante su envío (Figura 6). Entre las características del mismo figuran las piezas de espuma que evitan el movimiento y que no permiten que las delicadas puntas cónicas entren en contacto con nada. Se utiliza una caja de cartón biodegradable con tapa abatible que está protegida por un cierre magnético y, durante el trayecto, también cuenta con un precinto a prueba de manipulaciones. Este diseño:

- Permite que el etiquetado sea claro y esté destacado para que el usuario no tenga problemas a la hora de identificar el tipo de cono de la referencia, la descripción y el número de serie que aparecen impresos en la etiqueta.
- Facilita la extracción de los conos del paquete, reduciendo al máximo las posibilidades de que se queden enganchados con los materiales de embalaje, se dañen o se caigan de forma accidental cuando se están sacando.
- Proporciona un lugar seguro para guardar los conos usados.
- Reduce las posibilidades de que los conos se dañen, ya que proporciona una mayor protección durante su traslado y evita que el paquete pueda rodar.

En el paquete se introduce una bolsa de sílice desecante que no entra en contacto con la superficie del cono y que evita que la humedad lo dañe durante su traslado o almacenamiento (su importancia es mayor en ambientes húmedos).

También se incluyen en el paquete las instrucciones recomendadas de manipulación y los procedimientos de acondicionamiento previo para poder consultarlos en cualquier momento.

El empaquetado que se utiliza para enviar los conos del proveedor G parte de un diseño de paquete parecido, incluida la bolsa de desecante, lo que ofrece una gran cantidad de las ventajas mencionadas anteriormente (Figura 7). El diseño del paquete del proveedor G incorpora una bandeja deslizante que se puede reutilizar; sin embargo, el embalaje no cuenta con un precinto de seguridad. Además, no se incluyen instrucciones de manipulación ni de acondicionamiento.



Figura 6. El paquete que se utiliza para los conos de muestreo (arriba) y skimmer (abajo) de Agilent garantiza una protección óptima durante el envío.



Figura 7. El paquete que se utiliza para los conos de muestreo (abajo a la derecha) y skimmer (abajo a la izquierda) del proveedor G proporciona una protección similar durante el envío.

Para embalar los conos del proveedor E se ha utilizado un contenedor de plástico cilíndrico con piezas de espuma (Figura 8). Esta forma dificulta el almacenamiento, ya que no es posible apilar los paquetes en un estante a diferencia de lo que ocurre con las cajas rectangulares normales. Este embalaje supone también un mayor riesgo de que los paquetes se caigan y rueden durante su traslado. El contenedor cilíndrico de plástico viene introducido en una caja de cartón, probablemente para evitar este tipo de riesgos, pero genera más paquetes y, por tanto, más residuos. Además, en el paquete no se incluía la bolsa de desecante ni tampoco instrucciones de manipulación y acondicionamiento.



Figura 8. Empaquetado utilizado para los conos de muestreo (abajo a la izquierda) y skimmer (abajo a la derecha) del proveedor E: contenedores cilíndricos de plástico.

Los paquetes que utilizaron los proveedores I y S eran bastante parecidos: ambos incluían una caja de cartón rectangular en el caso del cono de muestreo y un contenedor cilíndrico de plástico para el cono skimmer. La caja del cono de muestreo no contaba con una pieza de espuma a medida, por lo que el cono podía moverse de un lado a otro del paquete (Figura 9). La punta estaba, por tanto, expuesta al contacto con la espuma, lo que incrementa el riesgo de que el cono de muestreo se dañe durante su traslado y reduce la protección del mismo frente a la manipulación poco cuidadosa.



Figura 9. Cono de muestreo introducido sin quedar fijo en la pieza de espuma de la caja de cartón de los proveedores I y S. El cono se puede dañar si el paquete no se manipula cuidadosamente.

No había precinto de seguridad ni bolsa de desecante. La Figura 10 muestra cómo la humedad ha provocado daños en los conos antes de que se entregaran.

Tampoco en este caso se habían incluido en el paquete las instrucciones de manipulación y acondicionamiento que sí incluyen los conos de Agilent.

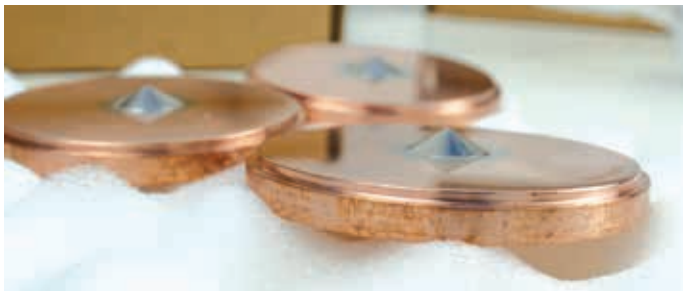


Figura 10. Daños provocados por la humedad en los conos de muestreo del proveedor I.

Inspección de calidad de los conos de interfase tal y como se reciben

Marcas

Los conos de Agilent vienen marcados con el logotipo de Agilent y con un indicador del tipo de material (N = punta de Ni, P = punta de Pt), además de mostrar el número de referencia para garantizar que se pueda identificar y volver a pedir de forma sencilla. También se incluye un número de serie exclusivo que garantiza la total trazabilidad de la fecha de fabricación y del lote de materiales que se ha utilizado (Figuras 1 y 2). Todos los conos se someten a una rigurosa inspección de calidad al 100 % antes de su envío.

Habitualmente, los conos de otros proveedores suelen utilizar normas de marcado parecidas que incluyen el nombre del fabricante, el número de referencia y el número de serie, excepto en el caso de los conos de los proveedores I y S, en los que no se identificaba al fabricante.

Peso y dimensiones

Tal y como se recibieron, cada uno de los conos se pesó en una balanza analítica calibrada con cuatro decimales. Los pesos de ambos tipos de conos, los de muestreo y los skimmer, se muestran por fabricante e indican que los métodos de producción son diferentes (Figuras 11 y 12). Cabe señalar que ninguno de los conos de otros proveedores está en el mismo rango de peso que los conos genuinos de Agilent. Hay una gran probabilidad, por tanto, de que los conos de otros proveedores funcionen a diferentes temperaturas en los entornos de plasma, lo que conllevará que surjan diferencias en cuanto al rendimiento y a su vida útil.

Las dimensiones de los orificios de los conos se midieron con un microscopio con retícula calibrada y se compararon con las de los conos genuinos de Agilent. En el caso de los

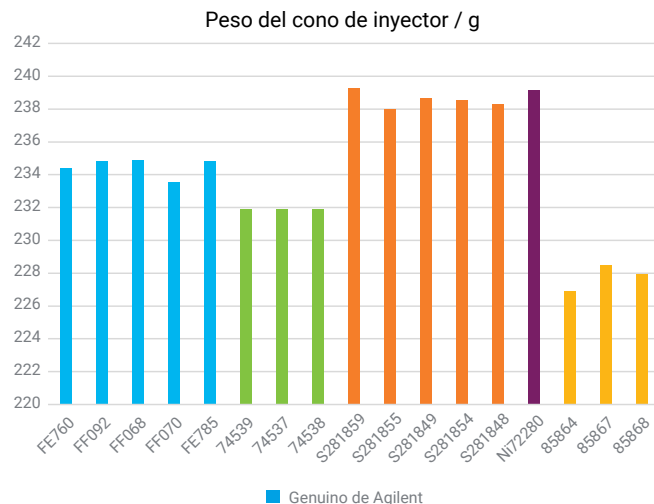


Figura 11. Comparación del peso del cono de muestreo tal y como se suministra.

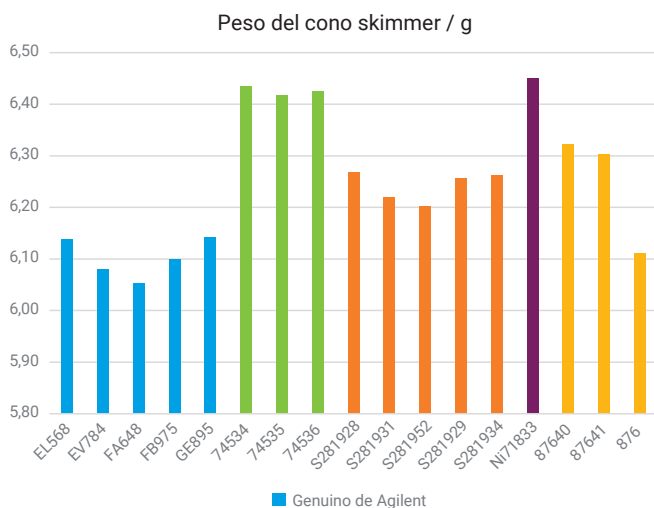


Figura 12. Comparación del peso del cono skimmer tal y como se suministra.

conos de muestreo, dos de cada tres conos recibidos del proveedor I tenían orificios con dimensiones por debajo de las correspondientes. En los del proveedor G, por su parte, uno de cada cinco conos tenía el mismo problema. Los conos de muestreo que cuentan con orificios más estrechos suelen ofrecer una sensibilidad menor. Las dimensiones y las tolerancias de los orificios de los conos skimmer son todavía más esenciales para el rendimiento de los sistemas ICP-MS. Respecto a este tipo de conos, dos unidades del total enviado por el proveedor G y todos los conos skimmer que enviaron los proveedores I, E y S contaban con orificios más pequeños. Esta reducción en el tamaño de los orificios provoca una disminución de la sensibilidad y los conos tienden a sufrir más obstrucciones, lo que produce mayor inestabilidad.

En todos los conos de otros proveedores, el diámetro de la punta en la parte trasera del cono de inyector era también significativamente más grande que en los de Agilent. Todo ello indica que se ha utilizado una geometría de puntas y un método de producción diferentes durante la fabricación. El diámetro de la punta de todos los conos de muestreo que no son genuinos era el mismo en la parte trasera y en la parte delantera, lo que indica que la punta se ha fabricado mediante un cilindro que se ha introducido directamente en un orificio redondo en la base de cobre (Cu). Los conos genuinos de Agilent incorporan un borde en la base en el que se asienta la punta para garantizar que la colocación y la adhesión son más seguras.

Uno de los conos skimmer del proveedor S (Ni71833) contaba con un diámetro de rosca cuyas medidas superaban el rango de tolerancia y, como resultado, no era posible acoplarlo a la base skimmer del sistema ICP-MS 7900. Por tanto, los conos de muestreo y skimmer del proveedor S no se pudieron instalar ni probar por parejas durante el estudio.

El acabado de la superficie de la punta de los conos era similar en los conos de todos los fabricantes. La excepción fueron los conos del proveedor I, que contaban con un acabado más áspero y en cuya superficie se podían observar claramente algunos arañazos (Figura 13).



Figura 13. Microfotografía del cono de muestreo fabricado por el proveedor I (número de serie 74537). Se observa un acabado rugoso con varios arañazos.

Las diferencias que existen entre la fabricación y el acabado de los conos de la competencia frente a los conos genuinos de Agilent probablemente tendrán repercusiones negativas en el rendimiento analítico. Es posible que también sean la causa de la necesidad de limpiar los conos y llevar a cabo tareas de mantenimiento con mayor frecuencia.

Sensibilidad

La sensibilidad es uno de los indicadores esenciales del rendimiento de los sistemas ICP-MS, algo que habitualmente se define como el recuento por segundo (cps) de la detección de pulsos en el multiplicador de electrones. Los conos de interfase influyen de forma significativa en la sensibilidad, dada su capacidad de inyectar los iones del analito de la fuente de plasma y transferirlos a través de la zona de interfase. Este aspecto debería comprobarse de forma rutinaria mediante la función de generación de informes de rendimiento que debería formar parte del inicio de la secuencia de encendido rutinaria.

Las parejas de conos de interfase se probaron tal y como se habían recibido y también tras el procedimiento de acondicionamiento previo que se ha indicado anteriormente en la Tabla 4. Se utilizaron las condiciones predefinidas de plasma de matriz baja y de ajuste automático en el modo sin gas.

El rendimiento medio de las parejas de conos de muestreo y skimmer de cada fabricante se muestra en la Figura 14.

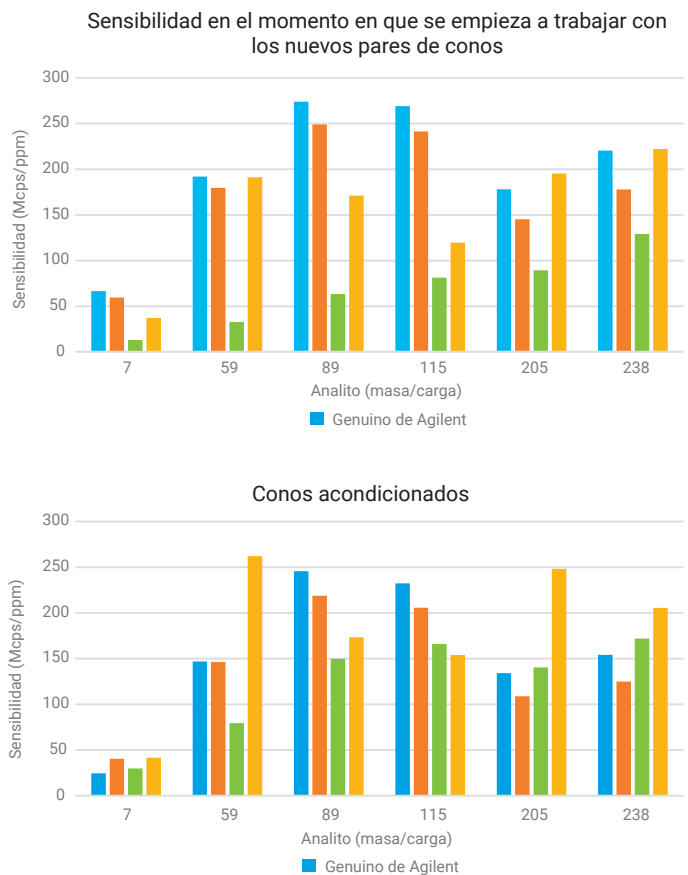


Figura 14. Comparación de la sensibilidad del sistema ICP-MS 7900 al probar las parejas de cada fabricante de conos de muestreo y skimmer.

En ella queda claro que los conos de interfase genuinos de Agilent ofrecen una sensibilidad mucho mayor en el rango de masas cuando se prueban tal y como se suministran para su uso. Los conos del proveedor G proporcionan una sensibilidad menor en el rango de masas tanto antes como después del proceso de acondicionamiento previo. La sensibilidad de los conos del proveedor I era extremadamente baja y el rendimiento era inaceptable en una gran cantidad de análisis. La sensibilidad mejoraba tras el acondicionamiento, pero los conos del proveedor I seguían mostrando una sensibilidad para masas medias muy baja. Los conos del proveedor E experimentaban un rendimiento bastante deficiente en la sensibilidad para masas medias cuando se utilizaban en las condiciones en las que se suministraban y su rendimiento no mejoraba tras el acondicionamiento.

La prueba de sensibilidad se repitió utilizando un gas de colisión ORS (modo de helio) y de nuevo con la dilución de aerosol que proporcionaba la UHMI con ajustes para plasma HMI-4 (sin celda de gas ORS). Se identificaron problemas de rendimiento similares en todos los fabricantes externos.

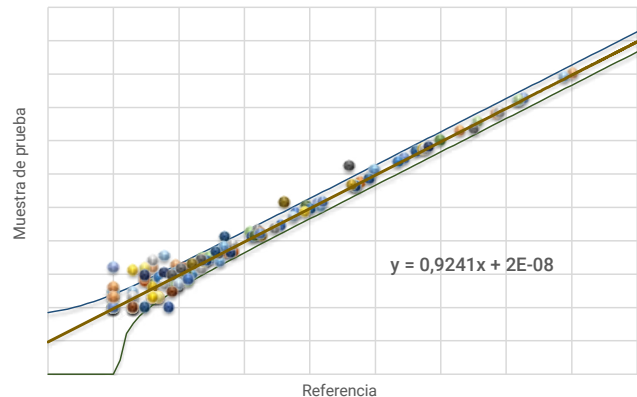
Ruido de fondo y concentración equivalente de fondo (BEC)

Una sensibilidad elevada y un bajo ruido de fondo son los dos aspectos necesarios para alcanzar los límites de detección más bajos con la técnica ICP-MS.

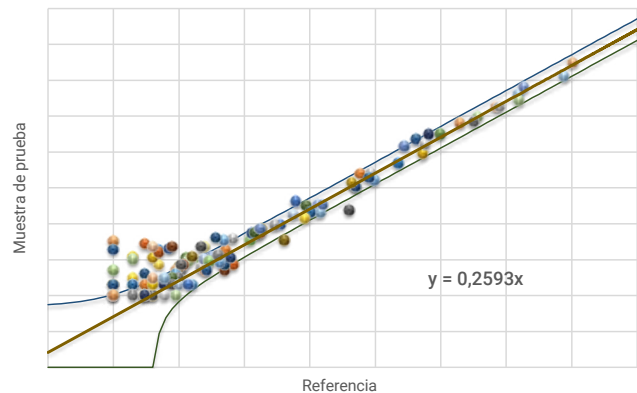
Para evaluar la influencia de los conos de interfase en la señal de ruido de fondo, se llevó a cabo un barrido de masas completo mediante el mismo sistema de introducción de muestras (únicamente se cambiaban los conos) y agua ultrapura en una instalación de sala limpia. Los conos se habían preacondicionado y se habían limpiado mediante sonicación en agua ultrapura durante 20 minutos antes de iniciar la prueba. El ruido de fondo (cps) se midió por cada conjunto de conos de cada uno de los fabricantes en el periodo de tiempo más corto posible.

Los gráficos de dispersión que aparecen a continuación muestran la correlación entre la señal de ruido de fondo (cps) de los conos de terceros (muestra de prueba, eje Y) y la del conjunto de conos genuinos de Agilent (referencia, eje X) en todo el rango de masas (Figura 15). La comparativa se llevó a cabo con el modo sin gas mediante gas de colisión ORS (modo de helio) y una dilución de aerosol que proporcionaba la UHMI con ajustes para plasma HMI-4. En la Figura 15 únicamente se muestran los resultados del modo sin gas. Una correlación ideal mostraría una línea recta con la ecuación $y = x$ sin desviación en el rango de masas. Una desviación normal situaría todos los puntos entre las líneas de los límites superior e inferior. En el caso de los conos de terceros, todos ellos se situaban fuera de estos límites en cualquiera de las condiciones en las que se probaron. Los conos del proveedor I, en concreto, mostraban una correlación muy deficiente ($y = 0,2593x$) como resultado de su bajo rendimiento en cuanto a sensibilidad.

Análisis gráfico de dispersión de barrido completo
Proveedor G en modo sin gas



Análisis gráfico de dispersión de barrido completo
Proveedor I en modo sin gas



Análisis gráfico de dispersión de barrido completo
Proveedor E en modo sin gas

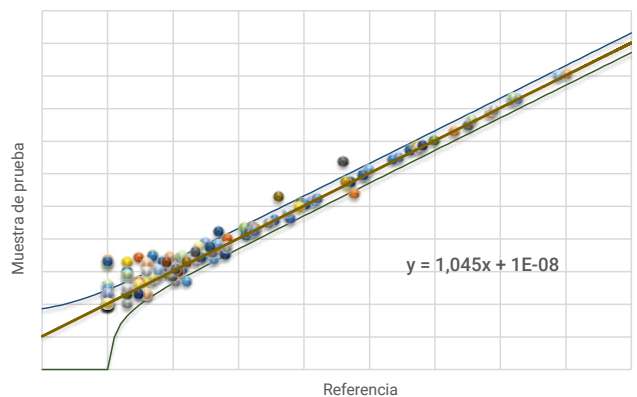


Figura 15. Gráficos de dispersión que destacan la correlación entre la señal de ruido de fondo (cps) de los conos fabricados por terceros (muestra de prueba, eje Y) y la del conjunto de conos genuinos de Agilent (referencia, eje X) en todo el rango de masas.

La señal de fondo a 9 m/z se controló durante toda la prueba de rendimiento y se comparó con la especificación de fábrica más rigurosa de Agilent, pero no se identificaron desviaciones significativas en ninguno de los conos de los distintos fabricantes.

Por último, se llevó a cabo un breve estudio de las repercusiones de los conos en la concentración equivalente de fondo (BEC). La Tabla 5 resume los resultados, que se comparan con los resultados de la BEC de los análisis realizados con los conos genuinos de Agilent durante el mismo periodo. El color gris indica que los resultados son más de un 20 % más altos que los que se obtienen con los conos genuinos de Agilent. Esta diferencia se considera significativa y conlleva un deterioro del rendimiento analítico de los sistemas ICP-MS. El color verde indica las masas que muestran resultados menos de un 20 % inferiores en comparación con los que se consiguen con los conos genuinos de Agilent. A pesar de la mejora, es posible constatar que cualquier ventaja que pudieran conllevar queda eclipsada por el incremento de BEC que se identifica en otras masas utilizando el mismo conjunto de conos.

Límites de detección

La repercusión de la sensibilidad y de la señal de ruido de fondo de los conos de interfase se evaluó en mayor profundidad con el establecimiento de los límites de detección para el rango de masas mediante ⁹Be, ¹¹⁵In y ²⁰⁹Bi. Además, se definieron los límites de detección para la contribución de Ni y Cu de los materiales de la base del cono mediante ⁶⁰Ni y ⁶³Cu.

El sistema ICP-MS 7900 se calibró primero utilizando un blanco al 1 % v/v de HNO₃ (Suprapur, Merck Pty Ltd., Australia) y un estándar de 1 µg/l (ppb). El límite de detección se definió como tres veces la desviación estándar de diez medidas repetidas del blanco. En cada caso se eligió para el estudio el conjunto de conos de cada proveedor que proporcionaba el mejor rendimiento. Los conos se limpiaron previamente durante 20 minutos por sonicación en agua ultrapura. Antes de comenzar el análisis, se amplió el tiempo de calentamiento del instrumento a 45 minutos.

La Figura 16 muestra los resultados de los límites de detección comparados con los resultados de los análisis realizados con los conos genuinos de Agilent durante el mismo periodo de tiempo. El resultado inferior a 1 muestra una mejora en el límite de detección (es más bajo).

Tal y como muestra la Figura 16, los conos del proveedor G generan límites de detección bastante más altos, por tanto peores, en el rango de masas medias (¹¹⁵In). También se pueden observar incrementos insignificantes en masas altas (²⁰⁹Bi) y en Ni, que es la materia prima que se utiliza en el cono skimmer y en la punta de los conos de muestreo. Los

Tabla 5. Concentración equivalente de fondo (BEC) definida por los conos de cada uno de los proveedores en todo el rango de masas comparada con el valor de referencia de los conos genuinos de Agilent.

Masa	Nombre	Proveedor G	Proveedor E	Proveedor I
7	Li	1,1740	1,7471	—
9	Be	2,1383	1,7971	—
23	Na	1,8763	1,7004	1,7128
24	Mg	1,0350	0,9837	0,8802
27	Al	1,0322	1,0230	0,9364
39	K	1,1564	1,1084	1,0536
44	Ca	3,5708	3,9186	0,7141
51	V	1,4586	0,6661	—
52	Cr	1,0116	0,9234	0,9344
55	Mn	1,0250	1,3180	1,0204
56	Fe	0,9816	1,1833	0,4831
59	Co	1,4884	1,4174	0,7862
60	Ni	1,7184	1,2422	3,0303
63	Cu	1,0855	0,9755	1,1463
66	Zn	1,0037	1,0443	0,9426
71	Ga	1,1223	1,8291	2,2412
75	As	0,8906	0,6532	0,6132
82	Se	1,0162	1,0415	1,2694
83	[Se]	3,1509	—	—
85	Rb	1,3184	0,9593	1,0268
88	Sr	0,9943	0,6664	0,9866
95	Mo	1,2506	0,5000	—
107	Ag	0,9262	0,6766	0,9412
111	Cd	1,1390	1,9517	—
115	In	1,3678	1,0808	0,7170
123	Sb	—	0,8846	—
133	Cs	1,2488	0,7112	1,8327
137	Ba	0,4437	1,5211	—
201	Hg	9,4524	2,7130	2,2551
205	Tl	1,4042	1,3483	1,4804
206	[Pb]	1,0154	1,1641	1,1523
207	[Pb]	0,8583	0,9008	0,6206
208	Pb	1,0489	1,0464	1,0682
209	Bi	3,4131	1,5751	31,1312
232	Th	1,1391	1,0671	5,2316
238	U	0,5719	0,5399	—

conos del proveedor I mostraban unos límites de detección mucho más elevados en el rango de masas y también en ^{60}Ni y ^{63}Cu , provocados por el escaso nivel de sensibilidad que ofrecen. En los conos del proveedor E se observaban límites de detección parecidos en ^{60}Ni y ^{63}Cu , pero los límites de detección de elementos de masas altas y medias eran significativamente más elevados (^{115}In , ^{209}Bi).

Relación de óxidos y por doble carga

Los iones poliatómicos son la principal causa de las interferencias espectrales en los sistemas ICP-MS. Es posible controlar los niveles de interferencias poliatómicas mediante la generación de iones de óxido refractario de elementos concretos. El cerio (Ce) es uno de los elementos que habitualmente se utilizan con este fin, dado que forma un enlace de óxido fuerte y por tanto cuenta con una de las tasas de formación de óxido más altas. La eficiencia de descomposición de M-O se expresa habitualmente como el porcentaje (%) de MO^+ , relativo al ion padre M^+ (por ejemplo, la relación de óxidos CeO^+/Ce^+) Un instrumento que se pueda optimizar en niveles bajos de CeO/Ce generará menos interferencias de la matriz, por lo que no será necesaria una optimización demasiado específica de las condiciones de las celdas de colisión/reacción para conseguir eliminar las interferencias de forma eficaz, lo que incrementará de forma significativa la integridad de los datos.

Otra de las medidas de interferencias de los sistemas ICP-MS es la relación por doble carga. Las especies de doble carga son el resultado de los iones que se crean con la pérdida de dos electrones en lugar de uno. Dado que el cuadrupolo separa los iones en función de su m/z , aparecerá un ion con doble carga (M^{2+}) a una masa de $m/2$. Un ejemplo de interferencia por doble carga sería el solapamiento de $^{136}\text{Ba}^{2+}$ con $^{68}\text{Zn}^+$.

Las parejas de conos de interfase generaban relaciones de óxidos parecidas (CeO/Ce) tras los procedimientos de inicio del funcionamiento del instrumento y del ajuste automático en condiciones de plasma de matriz baja. Dos de los pares de conos de interfase del proveedor I superaron la especificación de la relación de óxidos ($\text{CeO}/\text{Ce} < 1,5\%$) en condiciones de plasma de matriz baja y de ajuste automático (Tabla 6).

Ninguno de los conos superó la especificación de la relación por doble carga ($\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}^+ < 3,0\%$) en condiciones de plasma de matriz baja y de ajuste automático.

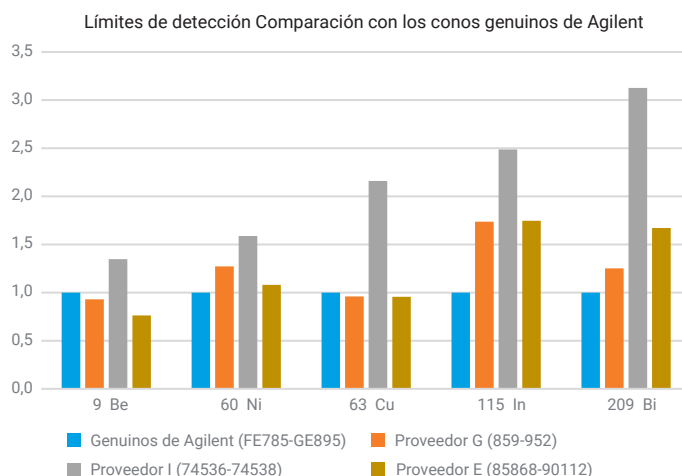


Figura 16. Límites de detección alcanzados por los conos de terceros frente a los conseguidos por los conos genuinos de Agilent en el rango de masas.

Tabla 6. Conos de interfase que no cumplen las especificaciones de la relación de óxidos tras su acondicionamiento.

Fabricante	Proveedor I	
	Número de serie	74534-74539
Relación CeO/Ce	1,628 %	1,580 %

Estabilidad

Si queremos obtener resultados homogéneos y evitar que sea necesario volver a calibrar y a medir las muestras, los sistemas ICP-MS deben proporcionar gran estabilidad a corto y largo plazo. El depósito de matriz en la punta y la superficie de los conos de interfase puede repercutir de forma positiva o negativa en la estabilidad del instrumento. En los peores casos, el depósito puede cambiar el tamaño y la forma de los orificios por los que se extraen los iones y afectar a la sensibilidad. Además, la inestabilidad térmica o una temperatura de funcionamiento inadecuada de la punta del cono pueden provocar derivas en la señal con el tiempo.

Para evaluar la estabilidad de la señal a corto plazo se vigilaron los analitos de las masas que se muestran en la Tabla 2 durante un periodo de 20 minutos. Para que los resultados cumplieran con las especificaciones de rendimiento de Agilent, debían ser inferiores al 2 % DER en un análisis de 20 minutos de duración. Todos los conos se probaron en las condiciones en las que se habían suministrado.

Los resultados de estabilidad a corto plazo se enumeran en la Tabla 7 y se comparan con las especificaciones de Agilent. Los conos que no cumplían con esta especificación (por ejemplo, los resultados mayores que 1,00) se destacan en letras rojas. Los conos de Agilent cumplían con las especificaciones en todos los casos, mientras que un conjunto de conos de los tres que envió el proveedor E no conseguía alcanzarlas en casi ninguna de las masas. Dos de los cinco conos del proveedor G mostraban una estabilidad deficiente para el Litio. Los tres conjuntos de conos que se probaron del proveedor I no llegaban a cumplir con la especificación.

Se evaluó también la estabilidad de la señal a largo plazo de todos los conos durante un periodo de dos horas tras acondicionarlos mediante el procedimiento descrito anteriormente (Tabla 4). El acondicionamiento previo de los conos nuevos parte del supuesto de que la deriva inicial del instrumento se reducirá una vez se haya depositado una fina capa de la matriz de la muestra en la superficie del cono limpio. Su objetivo es crear una capa de matriz en la superficie de los conos que permanezca estable durante el análisis y que únicamente se acumule lentamente con el tiempo. Una vez ha afectado al rendimiento analítico, hay que limpiar el cono para eliminar el exceso de depósitos de la matriz.

Los resultados de estabilidad a largo plazo se enumeran en la Tabla 8 y se comparan con las especificaciones de Agilent. Los conos que no cumplían con esta especificación (por ejemplo, los resultados mayores que 1,00) se destacan en letras rojas. Las masas ligeras suponen el mayor problema para la estabilidad a largo plazo y, en el estudio en cuestión, el litio fue el primer elemento que no cumplió con la especificación. Uno de los pares de conos del proveedor E y uno de los pares de conos genuinos de Agilent no llegaron a cumplir con la especificación únicamente para ^7Li . Uno de los pares de conos del proveedor I mostraba una estabilidad deficiente en el rango de masas y en dos parejas más se observaba una ligera inestabilidad únicamente para ^7Li . En la mayoría de los conos que se probaron, los procesos de acondicionamiento previos contribuyeron a mejorar la estabilidad a largo plazo. Sin embargo, la estabilidad de los conos del proveedor G era significativamente peor una vez se había llevado a cabo el preacondicionamiento. Se observó también una deriva en el instrumento en tres de los cinco pares de conos que se probaron.

En las Figuras 17 y 18 se muestra un ejemplo de las estabilidades a largo plazo de los conos de Agilent y del proveedor G. Queda claro que los conos del proveedor G muestran una estabilidad a largo plazo deficiente con una deriva en la sensibilidad tendente a la baja a lo largo de un periodo de dos horas (Figura 18). Se observó que los conos del proveedor G se habían acondicionado en exceso y era necesario limpiarlos para que su rendimiento volviera a unos niveles aceptables. Una vez limpios, los conos del proveedor G permitían alcanzar una estabilidad aceptable a largo plazo. Esta variación respecto al comportamiento de los conos genuinos de Agilent parecía indicar que la temperatura de funcionamiento de los conos del proveedor G era inferior. Como resultado, es probable que exista una acumulación de matriz superior en los conos del proveedor G, lo que repercutirá en el rendimiento en un plazo de tiempo más breve y será necesario limpiarlos y llevar a cabo tareas de mantenimiento más a menudo. Todo ello conllevará una reducción de la vida útil del cono.

Tabla 7. Estabilidad a corto plazo (% DER en un periodo de 20 minutos) de cada uno de los conos de los diferentes fabricantes en las condiciones en las que se suministran. Los resultados se comparan con la especificación de Agilent.

Fabricante	Números de serie de los conos	⁷ Li	⁵⁹ Co	⁸⁹ Y	¹¹⁵ In	¹⁴⁰ Ce	²⁰⁵ Tl	²³⁸ U
Agilent	FF070, EV784	0,75	0,18	0,17	0,15	0,20	0,17	0,28
Agilent	FF068, EL568	0,46	0,48	0,53	0,51	0,38	0,50	0,57
Agilent	FE785, GE895	0,78	0,41	0,37	0,31	0,25	0,31	0,25
Proveedor E	85868, 90112	0,65	0,30	0,45	0,45	0,50	0,50	0,55
Proveedor E	85864, 87640	1,05	1,35	1,45	1,30	1,35	1,15	1,00
Proveedor E	85867, 87641	0,45	0,30	0,35	0,25	0,45	0,60	0,55
Proveedor G	S281854, S281934	0,85	0,25	0,24	0,24	0,26	0,29	0,26
Proveedor G	S281849, S281931	1,26	0,34	0,25	0,30	0,37	0,26	0,26
Proveedor G	S281848, S281929	1,23	0,54	0,51	0,50	0,52	0,48	0,51
Proveedor G	S281859, S281952	0,59	0,15	0,16	0,15	0,17	0,18	0,21
Proveedor G	S281855, S281928	0,82	0,26	0,43	0,45	0,50	0,65	0,53
Proveedor I	74537, 74535	1,58	1,75	1,71	1,63	1,24	1,29	1,13
Proveedor I	74536, 74538	1,80	2,08	1,97	1,93	1,77	1,62	1,53
Proveedor I	74534, 74539	1,04	0,85	0,85	0,90	0,84	0,83	0,97

Tabla 8. Estabilidad a largo plazo (% DER en un periodo de 2 horas) de cada uno de los conos de los diferentes fabricantes medida tras el preacondicionamiento. Los resultados se comparan con la especificación de Agilent.

Fabricante	Números de serie de los conos	⁷ Li	⁵⁹ Co	⁸⁹ Y	¹⁴⁰ Ce	²⁰⁵ Tl
Agilent	FE760, FB975	0,29	0,47	0,53	0,49	0,80
Agilent	FF092, FA648	3,14	0,54	0,21	0,34	0,42
Agilent	FF068, EL568	0,96	0,24	0,33	0,32	0,24
Proveedor E	85868, 90112	1,30	0,70	0,23	0,20	0,50
Proveedor E	85864, 87640	0,63	0,83	0,83	0,67	0,60
Proveedor E	85867, 87641	0,57	0,83	0,77	0,57	0,47
Proveedor G	S281854, S281934	6,60	3,19	2,40	2,16	2,45
Proveedor G	S281849, S281931	15,19	7,74	6,16	4,14	3,82
Proveedor G	S281848, S281929	29,04	9,69	7,26	5,99	6,43
Proveedor G	S281859, S281952	0,65	0,48	0,48	0,35	0,24
Proveedor G	S281855, S281928	0,59	0,54	0,57	0,49	0,31
Proveedor I	74537, 74535	1,76	1,39	1,35	1,02	0,77
Proveedor I	74536, 74538	1,01	0,91	0,94	0,79	0,64
Proveedor I	74534, 74539	1,13	0,81	0,79	0,58	0,52

Estabilidad a largo plazo de los conos genuinos de Agilent

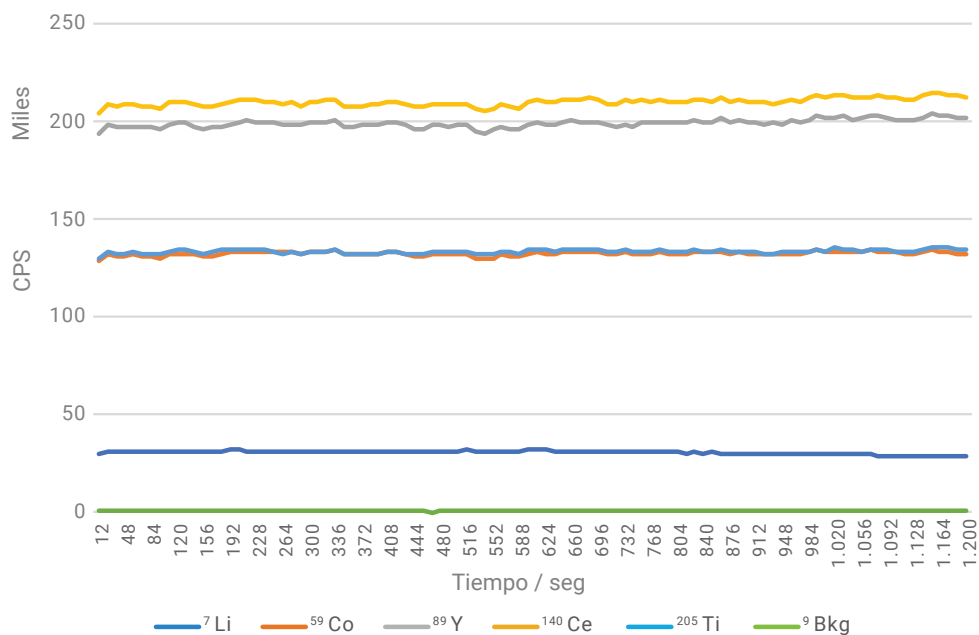


Figura 17. Estabilidad a largo plazo (en un periodo de dos horas) de los conos genuinos de Agilent con números de serie FF068 y EL568 tras el preacondicionamiento.

Estabilidad a largo plazo de los conos que no son de Agilent (Proveedor G)

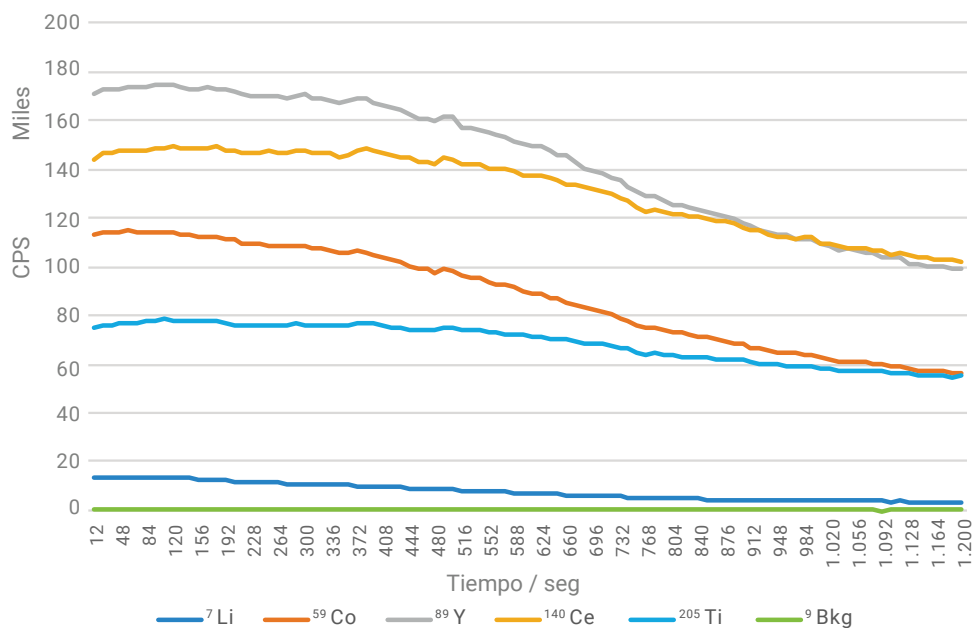


Figura 18. Estabilidad a largo plazo (en un periodo de dos horas) de los conos del proveedor G con números de serie S281849, S281931 tras el preacondicionamiento.

Facilidad de uso

Los conos de interfase de Agilent se diseñan para que puedan utilizarse con facilidad en las condiciones en las que se suministran. Agilent es el único fabricante que facilita instrucciones de manipulación y acondicionamiento, lo que reduce el riesgo de que se dañen los conos de forma accidental y contribuye a obtener directamente resultados magníficos.

El empaquetado en caja de cartón prensado biodegradable que se utiliza para el envío de los conos de Agilent se puede reutilizar y es respetuoso con el medio ambiente, además de contar con un precinto a prueba de manipulaciones. Se ha diseñado para proteger los conos de cualquier daño que puedan sufrir a causa de una manipulación poco cuidadosa, especialmente durante su envío. El sobre de desecante proporciona una protección adicional frente a los daños que causa la humedad, especialmente en ambientes húmedos. Para asegurarse de que los conos están en las mismas condiciones en las que se han fabricado, únicamente tiene que comprobar el precinto a prueba de manipulaciones.

Agilent utiliza, además, un etiquetado muy claro que le ayuda a identificar el tipo de cono, a gestionar los inventarios y a pedir los conos de repuesto cuando sea necesario.

Es una buena costumbre conservar el embalaje para almacenar los conos cuando el instrumento de ICP-MS Agilent no los está utilizando. Todo ello garantiza que contarán con la misma protección cuando los almacene. Además, al final de su vida útil, el embalaje puede servir para devolver los conos usados a Agilent y conseguir un descuento en su siguiente pedido gracias al programa platino de reposición de conos de Agilent.

¿Por qué son diferentes los conos de Agilent?

En este resumen se ha presentado una comparación entre los conos de interfase (de muestreo y de tipo skimmer) genuinos de Agilent y los de diferentes proveedores, prestando especial atención a los aspectos esenciales del rendimiento analítico de los sistemas ICP-MS.

Los conos obtenidos por parte de los demás fabricantes han mostrado diferencias en el peso con respecto a los conos genuinos de Agilent, lo que indica que han variado el diseño de Agilent. En los conos que se han evaluado también se observó un acabado de la superficie interior distinto y diferencias en cuanto a las dimensiones críticas, lo que conlleva un deterioro del rendimiento. En el peor de los casos, uno de los conos de otros proveedores ni siquiera era compatible con la base skimmer.

Los conos genuinos de Agilent ofrecen una sensibilidad mayor en el rango de masas. Todos los conos de otros fabricantes que se probaron mostraron una sensibilidad más baja en las condiciones en las que se suministraban y después del preacondicionamiento.

Los conos genuinos de Agilent proporcionaban, a su vez, la señal de ruido de fondo más baja. Las diferencias que existen en los análisis de los gráficos de dispersión de barrido completo de los recuentos de fondo del instrumento junto con la pérdida de sensibilidad demuestran que los conos de otros proveedores reducen la calidad de las concentraciones equivalentes de fondo (BEC) y los límites de detección.

Los instrumentos Agilent ICP-MS utilizan unas condiciones predefinidas de plasma y ajustes automáticos para proporcionar condiciones robustas y una gran estabilidad de señal en la tolerancia a diferentes matrices en sus aplicaciones. Varios factores relacionados con los conos de interfase repercuten en la estabilidad de la señal. La estabilidad tanto a largo como a corto plazo se ve afectada cuando se utilizan conos de otros proveedores, lo que causa una deriva en el instrumento y aumenta el riesgo de que se produzcan fallos en el control de calidad. Todo ello supone costes tanto en tiempo como en dinero a causa de la repetición de análisis y la pérdida de productividad. Solo los conos genuinos de Agilent se han diseñado y probado exhaustivamente en los sistemas ICP-MS Agilent para garantizar tanto la estabilidad como la sensibilidad en las aplicaciones reales.

Los conos suelen suponer los mayores costes en consumibles en cuanto a la operación rutinaria de un sistema ICP-MS. Proteja su inversión y asegúrese una facilidad de uso en el instrumento eligiendo los conos genuinos de Agilent. Los conos genuinos de Agilent contienen directrices de manipulación y acondicionamiento. Nuestro sistema de empaquetado y una inspección de calidad al 100 % garantizan que los conos proporcionen el nivel de prestaciones analíticas que exige la gama de instrumentos ICP-MS de cuadrupolo simple y de triple cuadrupolo de Agilent.

Recursos adicionales

[Tienda en línea de Agilent para adquirir conos de interfase](#)

Kits de cuidados de conos

- [Pedido en línea](#)
- [Formulario de contacto](#)

[Página de recursos para ICP-MS](#)

[Vídeo sobre la resolución de problemas relativos a la zona de interfase](#)

[Programa platino de reciclaje y reposición de conos](#)

[Consumibles de espectroscopia](#)

[Página de productos para ICP-MS](#)

* Si desea obtener información más detallada, consulte agilent.com/chem/PtCone o póngase en contacto con su representante de Agilent. Este programa está disponible en Norteamérica, la región EMEA y Japón. El programa de reposición también está disponible a través de distribuidores autorizados de Agilent en las regiones que se enumeran más arriba.

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE. UU., 21 de marzo de 2019
5994-0798ES

