

# Un repaso de los fundamentos de la espectroscopia de absorción atómica: trucos y consejos para el mantenimiento de instrumentos y el análisis

La espectroscopia de absorción atómica es una técnica instrumental robusta para el análisis elemental que puede proporcionar resultados uniformes y exactos a largo plazo si se aplican ciertos protocolos básicos de mantenimiento y verificación de sistemas.

**Autor**

Eric Vanclay,  
Agilent Technologies, Inc.

## Introducción

Desde hace mucho tiempo se llevan utilizando diversas variantes de instrumentos de espectroscopia de absorción atómica (AAS) como referencia para el análisis elemental. Ya sea con atomización de cámara de grafito o de llama, los sistemas de AAS ofrecen un funcionamiento sencillo y permiten obtener resultados reproducibles, sensibles y exactos de manera puntual. No obstante, al igual que con los demás tipos de instrumentos de espectroscopia, se requiere un cierto grado de mantenimiento para garantizar que los sistemas de AAS mantengan su rendimiento analítico. Existen algunas actividades de mantenimiento de los sistemas de AAS que aportan grandes ventajas de rendimiento en términos de funcionamiento de los sistemas y minimización del tiempo de inactividad, entre las que se incluyen específicamente el mantenimiento del nebulizador de muestras, la limpieza de los componentes de introducción de muestras, la preparación de patrones analíticos exactos, la optimización de la fuente de luz incidente y la verificación de la sensibilidad analítica. Dada la mayor prevalencia de la atomización de llama frente a los sistemas de cámara de grafito, en este resumen nos centraremos principalmente en el mantenimiento de los sistemas de AAS de llama y ofreceremos recomendaciones válidas para todos los instrumentos de AAS.

## Métodos para mantener el rendimiento del nebulizador

El correcto funcionamiento de los nebulizadores de muestras resulta esencial para el uso de los sistemas de AAS, ya que la obstrucción de los nebulizadores puede ser un problema habitual. Los residuos de la solución de la muestra, si permanecen en el capilar de muestras del nebulizador, pueden cristalizar y obstruirlo. Además, también pueden producirse obstrucciones causadas por materia particulada no disuelta presente en las soluciones de muestra, independientemente de su origen, ya sean sedimentos, precipitados, polvo o incluso pelusa de los paños utilizados en el laboratorio. Desde el punto de vista de la eficiencia del mantenimiento, la estrategia más sencilla es prevenir las obstrucciones del nebulizador, en lugar de dedicar más tiempo a eliminar las obstrucciones cuando se produzcan. Asegurarse de lavar las líneas de introducción de muestras con una solución en blanco antes de apagar la llama es un método sencillo que puede contribuir a evitar las obstrucciones. Si las muestras tienen partículas suspendidas en disolución, puede ser necesario filtrarlas, centrifugarlas o dejar que las sedimenten antes de la aspiración. No obstante, si se produce la obstrucción de un nebulizador, es posible eliminarla. Para ello, habrá que desmontar por completo el nebulizador y, a continuación, limpiar con ultrasonidos los componentes en una solución detergente, aclararlos con agua desionizada, volver a montarlos y, por último, comprobar que la obstrucción ha desaparecido.

Junto con estas estrategias de manipulación de muestras, determinados parámetros de los sistemas y métodos de AAS pueden minimizar las obstrucciones y, a la vez, equilibrar la sensibilidad y la selectividad según sea necesario para cada aplicación. Una recomendación general para conseguir un rendimiento óptimo es montar paletas de mezcla en la cámara de nebulización, situar la bola de impacto de modo que se consiga la óptima sensibilidad y usar un capilar de diámetro estrecho para la introducción de muestras. Sin embargo, estos elementos del método deben modificarse para incrementar la sensibilidad al aspirar muestras de baja concentración que exijan una mayor sensibilidad; asimismo, en el caso de las soluciones con un alto contenido de sólidos disueltos totales, la bola de impacto debe ajustarse más cerca del nebulizador para minimizar el impacto de las partículas suspendidas aspiradas a través del capilar de introducción de muestras. Además, al final de cada jornada, el sistema debe limpiarse a fondo mediante la aspiración de una solución ácida de lavado mientras la llama aún esté encendida, seguida de un lavado con agua del conjunto de la cámara de nebulización.

## Limpieza del sistema de introducción de muestras

Para reducir aún más el tiempo de inactividad y alargar la vida útil del instrumento, debe prestarse especial atención al mantenimiento de la limpieza del sistema de introducción de muestras y atomización, incluyendo la cámara de nebulización y los componentes del quemador. La limpieza de la cámara de nebulización conlleva el desmontaje del sistema y el lavado de los componentes en una solución detergente para, a continuación, aclararlos y secarlos. Al volver a montar la cámara de nebulización, debe comprobarse el estado físico de cada componente. Los componentes funcionales de la cámara de nebulización resultan cruciales para obtener una sensibilidad y un funcionamiento óptimos, por lo que cualquier signo de daños o desgaste (como marcas en la superficie de la bola de impacto de vidrio o muescas u otros daños en las juntas tóricas) indicaría que el componente en cuestión está dañado y hay que sustituirlo. Para el quemador utilizado en los sistemas de AAS de llama, el aspecto principal es la limpieza de la ranura del quemador. El uso de llamas ricas en combustible o la medida de muestras con altos niveles de sólidos disueltos pueden provocar la acumulación de depósitos en el quemador, lo que puede reducir la eficiencia de la atomización y la sensibilidad. Estos residuos pueden eliminarse de la superficie del quemador puliendo el interior y el exterior de la ranura del quemador con un abrillantador para metales recomendado para limpiar latón. Existen tiras de limpieza específicas para quemadores no metálicos que pueden utilizarse para introducir el abrillantador en la ranura del quemador. Una vez abrillantada la ranura del quemador, lávela bien con agua y déjala secar antes de volver a montarla en el instrumento.

## Preparación exacta de patrones analíticos

Dado que la correlación entre las señales de un sistema de AAS y la concentración de analito depende de la exactitud de los datos de calibración, los resultados cuantitativos solamente podrán ser tan exactos como lo sean las soluciones de patrones de calibración que se preparen. Los errores en la cuantificación de analitos pueden deberse a numerosos factores; por ejemplo, a problemas asociados a la preparación, la contaminación o la fuente de la muestra. Además de generar la posibilidad de obtener resultados inexactos, el uso de patrones de referencia inadecuados puede provocar pérdidas de tiempo derivadas de la resolución de problemas, el excesivo tiempo de inactividad de los instrumentos y la necesidad de preparar nuevos patrones y reanalizar muestras. Asimismo, los errores en la preparación de patrones pueden incluso contribuir al deterioro prematuro de componentes de los instrumentos, la no superación de auditorías de control de calidad y la posible pérdida de la certificación ISO.

Sin embargo, estas dificultades pueden superarse mediante la selección cuidadosa de materiales de referencia certificados de alta calidad, como los fabricados por Agilent (que se describen en la Figura 1). Los materiales de referencia certificados de Agilent se producen en una instalación que cumple los requisitos de las normas ISO 9001 e ISO Guía 34 usando materias primas de alta pureza y disolventes purificados con la máxima pureza disponible (habitualmente, > 99,999 %). Estas impolutas condiciones de fabricación están respaldadas por ensayos de garantía de calidad basados en el protocolo de espectroscopia de alto rendimiento desarrollados por el Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST) de EE. UU. Los materiales de referencia certificados de Agilent poseen la certificación ISO/IEC 17025 e incluyen certificados de análisis en los que se especifican las concentraciones de hasta 68 impurezas a nivel de trazas. Asimismo, todos los valores de concentración e incertidumbre de los materiales de referencia certificados de Agilent

Asimismo, la ineficiencia de los métodos de preparación de analitos en presencia de matrices complejas puede dar lugar a muestras en las que los analitos únicamente pasen parcialmente a la solución.

ofrecen trazabilidad directa hasta los patrones de referencia de la serie 3100 de materiales de referencia estándar del NIST, con el fin de garantizar una exactitud y una trazabilidad máximas. Además, todos los materiales de referencia certificados de Agilent se envasan en contenedores de PTFE o HDPE sometidos a una limpieza previa. El meticuloso cuidado con el que Agilent produce sus materiales de referencia certificados se traduce en una vida útil extensa (18 meses o más en la mayoría de los casos).

Junto con la selección de materiales de referencia certificados óptimos, la aplicación de métodos y protocolos adecuados de manipulación de muestras para el uso de patrones de calibración resulta crucial para mantener la exactitud y la precisión de los materiales certificados hasta su uso final. Todos los materiales de referencia que se utilicen no deben haber alcanzado la fecha de caducidad indicada, después de la cual no se puede garantizar que la estabilidad y la pureza cumplan los límites certificados por el fabricante. Los errores provocados por la propia manipulación de las muestras pueden reducirse mediante la calibración frecuente de las pipetas y el uso de material de vidrio volumétrico de clase A, mientras que la contaminación de los disolventes puede minimizarse usando

<b>Máximo nivel de certificación ISO</b>	Fabricados en una instalación que cumple los requisitos de las normas ISO 9001 e ISO Guía 34, y certificados en un laboratorio de ensayo certificado según la norma ISO/IEC 17025
<b>Alta pureza</b>	Fabricados con materias primas y disolventes de alta pureza, sometidos a ensayos de determinación de impurezas
<b>Trazables según el NIST</b>	Certificados usando protocolos de pruebas de ICP-OES de alto rendimiento del NIST Trazabilidad directa hasta la serie 3100 de materiales de referencia estándar del NIST
<b>Libres de contaminación</b>	Envasados en botellas de HDPE de alta pureza y sometidas a una limpieza previa Transportados en bolsas selladas de polietileno
<b>Amplia vida útil</b>	La mayoría de ellos ofrecen una vida útil de 18 meses Cuentan con el respaldo de estudios de estabilidad a corto y largo plazo
<b>Confirmación minuciosa</b>	Impurezas a nivel de trazas analizadas con un sistema de ICP-MS de Agilent Concentración real notificada en el certificado de análisis para hasta 68 impurezas a nivel de trazas

Figura 1. El valor de los materiales de referencia certificados de Agilent.

agua desionizada (18 M $\Omega$ -cm) o disolventes orgánicos de alta pureza. Durante el proceso de dilución, las reducciones significativas de concentración a la hora de preparar calibrantes a partir de soluciones madre concentradas deben sustituirse por etapas de dilución en serie hasta alcanzar la concentración esperada. Una vez efectuada la dilución, habrá que volver a preparar los patrones de calibración de menor concentración ( $\mu\text{g/l}$ ) a menudo para garantizar que la concentración sea conocida y, además, habrá que conservarlos en contenedores de plástico (PFA o FEP), añadiendo ácido para estabilizar el analito.

Otras posibles vías de inexactitud y contaminación de las muestras pueden ser incluso ajenas a los materiales y contenedores de las propias muestras. Deben evitarse los componentes de plástico, como las puntas de pipeta y los tubos de centrifuga desechables con colorantes. Los colorantes presentes en artículos de plástico pueden lixivarse y llegar a la solución durante la preparación o el almacenamiento de la muestra; esta vía es una de las responsables habituales de la introducción de impurezas de Cu, Fe, Zn y Cd. Del mismo modo, las puntas de pipeta nunca deben introducirse en soluciones madre, en especial de ácidos. También puede producirse contaminación por partículas debido al uso de guantes con polvo de talco y al polvo del aire. Incluso puede observarse una pérdida de analito en el caso de los compuestos muy volátiles. Asimismo, la ineficiencia de los métodos de preparación de analitos en presencia de matrices complejas puede dar lugar a muestras en las que los analitos únicamente pasen parcialmente a la solución. El uso de blancos de reactivo y específicos del método para los lotes de muestras combinado con el marcado de las muestras (antes y después de la digestión) y la utilización de un material de referencia estándar con una matriz similar durante el proceso de preparación de muestras es una estrategia valiosa para detectar posibles problemas generados por sus métodos de preparación, así como la posible contaminación generada por los reactivos y los contenedores que esté usando.

## Condiciones de funcionamiento y sensibilidad de los sistemas de AAS

Una vez considerados los factores problemáticos habituales, debe verificarse el funcionamiento del sistema de AAS en conjunto para garantizar que esté en perfectas condiciones de operación. Deben tenerse en cuenta todos los componentes funcionales del instrumento para garantizar que el sistema completo funcione de forma óptima, aunque debe prestarse especial atención a las posiciones del quemador, el nebulizador y la bola de impacto, así como a la composición de la llama. La alineación del quemador debe conseguir que la máxima cantidad posible de analito procedente del atomizador de llama quede expuesta al haz de luz incidente. Las tarjetas de alineación del quemador incluidas con los sistemas de AAS de Agilent tienen una región diana para facilitar el posicionamiento óptimo del quemador. Una vez que el quemador esté en posición y exista un flujo adecuado de nebulización de patrón (unos 5 ml/min), optimice la posición del quemador ajustando la altura, la rotación y la posición lateral, y monitorizando al mismo tiempo que la señal de salida sea máxima. Del mismo modo, la posición de la bola de impacto se puede ajustar para situarla más cerca o más lejos del nebulizador con el fin de maximizar la sensibilidad, tomando como referencia la señal generada durante la aspiración de una solución de patrón. Para los sistemas de AAS en los que se utilice una mezcla de óxido nítrico y acetileno para el atomizador de llama, puede que sea necesario incrementar el flujo de acetileno hasta 8 l/min para conseguir una intensidad idónea de la señal. Esta mayor proporción de acetileno es necesaria para conseguir una llama "rica" (Figura 2) que resulta deseable para la mayoría de los elementos refractarios que requieren usar una llama de óxido nítrico y acetileno, como Al, Mo y Si.



**Pobre**  
Flujo bajo de acetileno



**Estequiométrica**



**Rica**  
Aporte adicional de acetileno

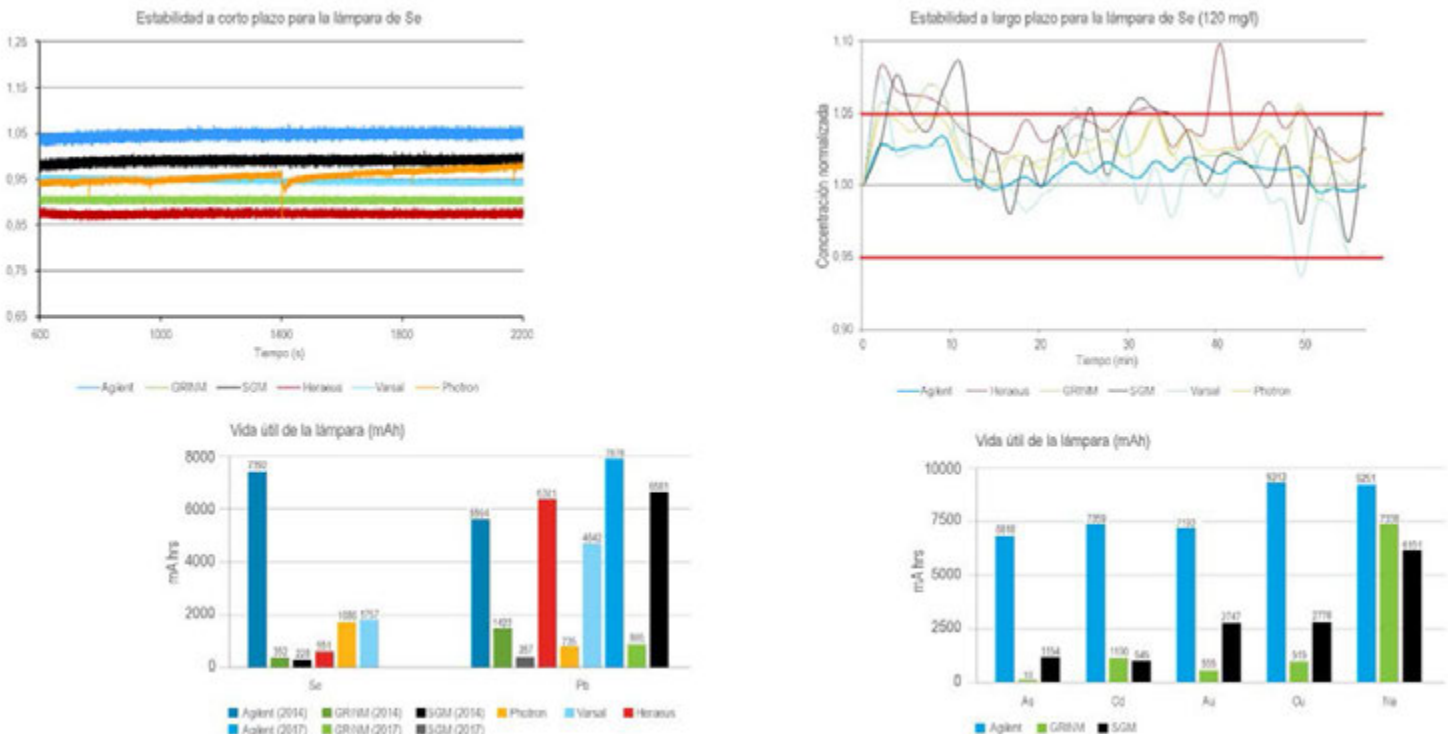
**Figura 2.** Optimización de la llama de óxido nítrico y acetileno.

## Selección de la lámpara para conseguir un rendimiento óptimo

Como colofón a los métodos de mejora del rendimiento de los sistemas de AAS, hablaremos de la selección correcta y la optimización de lámparas de cátodo hueco. Las lámparas de cátodo hueco fabricadas por Agilent incluyen variantes codificadas y no codificadas; las variantes codificadas incluyen clavijas adicionales en la base para la identificación automatizada del elemento en los sistemas de Agilent. A pesar de que las lámparas de cátodo hueco no codificadas de Agilent no posibilitan el reconocimiento automático del elemento, dichas lámparas ofrecen un valor global óptimo y son compatibles con los sistemas de AAS de casi todos los demás fabricantes (excepto los de PerkinElmer; Agilent también ofrece una gama específica de lámparas para instrumentos de AAS de PerkinElmer). Las lámparas de mayor intensidad (como las lámparas Agilent UltraAA) ofrecen ventajas para el análisis de trazas debido a la mayor sensibilidad de los analitos y la reducción de los límites de detección gracias a la mayor emisión de la fuente y el menor ruido de la línea base. La vida útil sensiblemente más larga de las lámparas Agilent, que ofrecen valores del orden de > 5.000 mAh, en el caso de las lámparas de cátodo hueco convencionales, y > 8.000 mAh, para las lámparas UltraAA, se debe a una estrategia patentada de procesamiento que maximiza el relleno de gas y preserva la alta pureza del material. Del mismo modo, los sistemas de AAS en los que se instalan lámparas de cátodo hueco de Agilent disfrutarán

de fuentes de luz estables y espectros con un bajo nivel de ruido, lo que conseguirá que las medidas sean uniformes y exactas. La estabilidad a corto y largo plazo de las lámparas de cátodo hueco de Agilent aporta fiabilidad respecto al comportamiento predecible de las lámparas de Agilent en relación con las de la competencia (Figura 3). Asimismo, en comparación con lámparas más económicas de otros fabricantes, las lámparas de cátodo hueco de Agilent ofrecen intervalos dinámicos muy competitivos y límites de detección menores, tal como se muestra para dos elementos de ejemplo: plomo y cadmio (Figura 4).

Otro aspecto confuso de las lámparas de cátodo hueco es la posibilidad de elegir entre lámparas de un solo elemento y de varios elementos. A menudo se seleccionan lámparas de un solo elemento debido a la percepción de que las lámparas de varios elementos ofrecen vidas útiles más cortas y un menor rendimiento analítico, pero los datos reales de uso contradicen esos mitos. Todas las lámparas de varios elementos de la amplia gama ofrecida por Agilent (como las combinaciones de Co/Mo/Pb/Zn, Cu/Zn, Na/K y Ag/Cd/Pb/Zn) tienen vidas útiles superiores a 7.500 mAh; es decir, una vida útil un 50 % superior a la de las lámparas de cátodo hueco de un solo elemento. Asimismo, las lámparas de varios elementos proporcionan una sensibilidad analítica y una precisión de medida similares siempre que funcionen en las condiciones de operación recomendadas, tal como se muestra en la Figura 5.



**Figura 3.** Rendimiento de las lámparas de cátodo hueco de Agilent. Estabilidad a corto plazo medida después de 10 minutos de calentamiento y estabilidad a largo plazo determinada mediante la lectura de un patrón que ofreció una buena relación señal-ruido repetidamente a lo largo de una hora. La vida útil de la lámpara se determinó haciéndola funcionar continuamente hasta que se produjo su fallo.

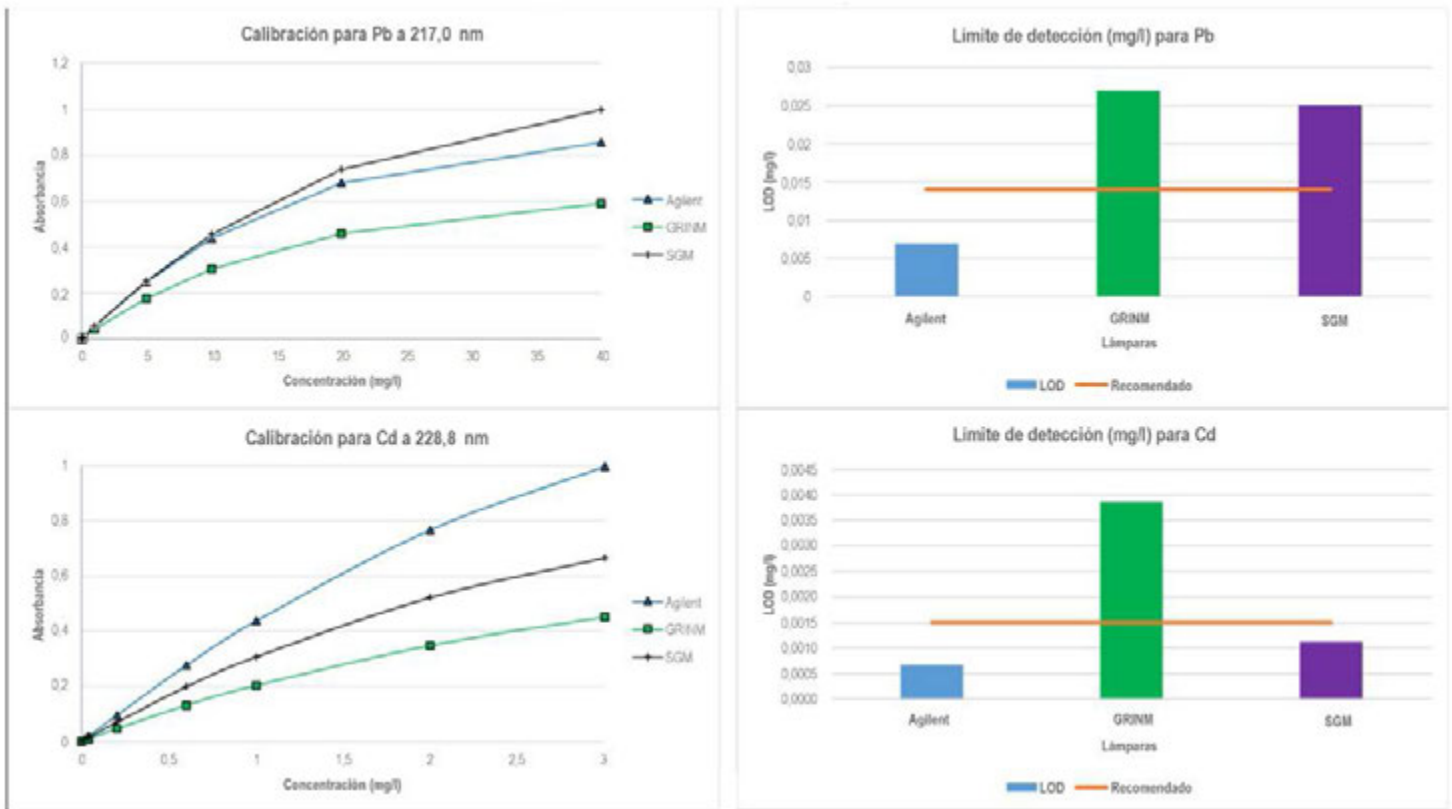


Figura 4. Rendimiento de las lámparas de cátodo hueco de Agilent. Comparación de las curvas de calibración para Pb y Cd. También se indican los límites de detección del instrumento ( $3\sigma$ ).

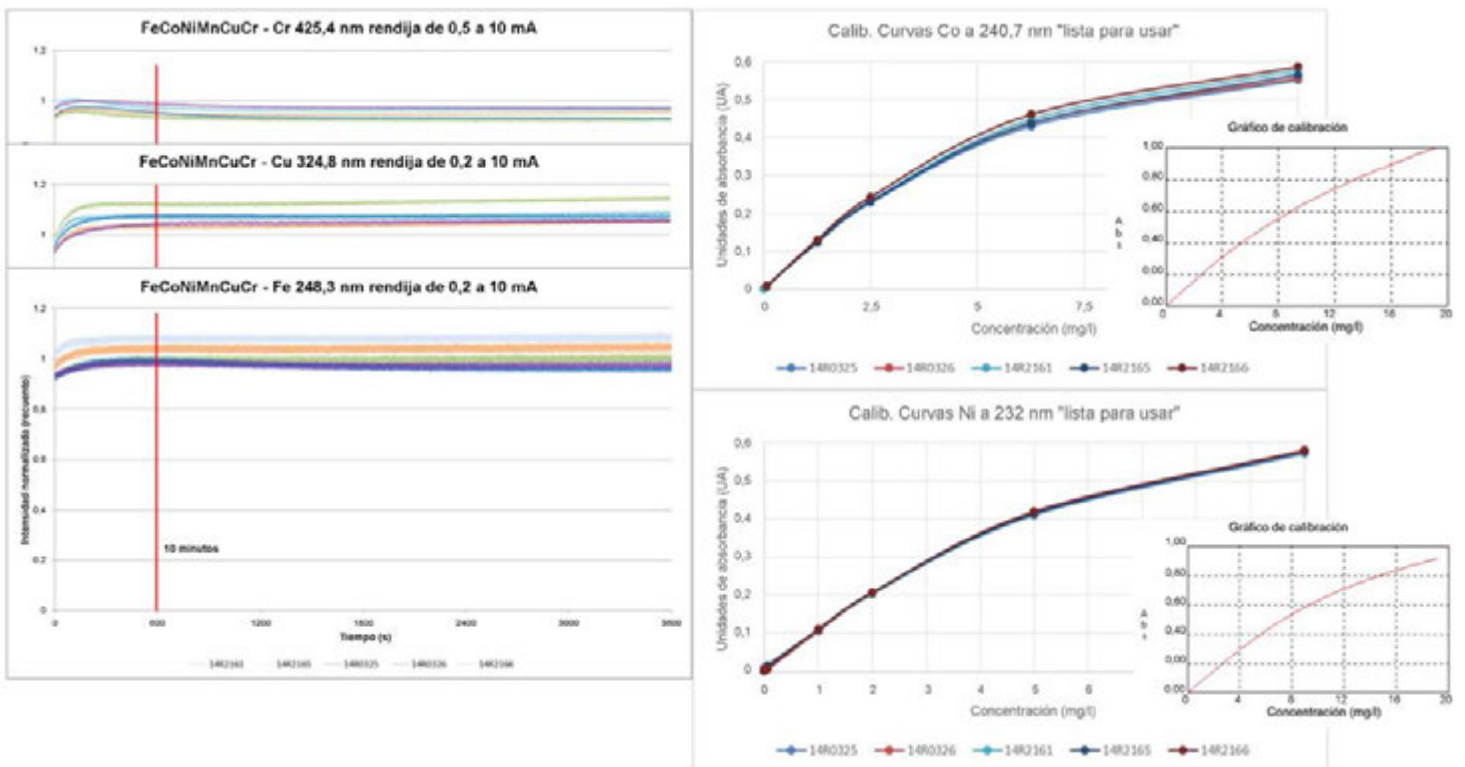


Figura 5. Lámparas de cátodo hueco de varios elementos. El rendimiento de la lámpara de Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni indica una buena estabilidad después de 10 minutos de calentamiento y coincide con el rendimiento previsto para cada elemento conforme a lo indicado en el método preconfigurado de AAS de llama.

## Optimización del rendimiento de los sistemas de AAS de cámara de grafito

Aunque la atomización de llama es la opción más común en la AAS, otra técnica habitual es la AAS con atomización de cámara de grafito, que ofrece mayor sensibilidad en comparación con la AAS de llama y es la opción idónea para las aplicaciones de análisis de trazas de metales por AAS. Al igual que sucede para la AAS de llama, para los sistemas de AAS de cámara de grafito también resultan beneficiosas la preparación de patrones de calibración exactos a partir de materiales de referencia certificados y la optimización de la lámpara de cátodo hueco. Sin embargo, ciertos aspectos de la optimización deben adaptarse a medida de los sistemas de cámara de grafito, como los parámetros de inyección de muestra, el programa de temperatura del horno y otras propiedades específicas de los sistemas de AAS de cámara de grafito. Para la inyección de muestras en la cámara de grafito, la posición del cabezal debe verificarse según sea necesario para conseguir que el haz de la fuente de luz atraviese el centro del tubo de grafito. Esto puede lograrse alineando la lámpara sin el cabezal, posicionando el cabezal y volviendo a comprobar la alineación general. El propio proceso de inyección debe ocurrir a una profundidad cuidadosamente ajustada en la cámara; además, antes habrá que limpiar el exterior de la punta del capilar de distribución con isopropanol. También se recomienda acidificar la solución de lavado utilizada en el muestreador automático del sistema AAS de cámara de grafito con diez gotas de ácido nítrico y cinco gotas de un surfactante adecuado (como Triton X-100) para facilitar la limpieza del capilar de distribución entre inyecciones y mejorar las características de la distribución. En lo que respecta al programa de temperatura de la cámara, el primer paso de la optimización es el ajuste de las condiciones de secado de las muestras, de tal forma que la solución depositada se seque de manera uniforme y suave, sin ebullición. La eliminación de matriz puede conseguirse durante la etapa de calcinación, en la que la temperatura de calcinación dependerá de la matriz. El objetivo es eliminar la mayor cantidad posible de matriz y lograr que el analito quede retenido en el tubo de grafito. Asimismo, la atomización del analito debería producirse con un calentamiento rápido para garantizar una señal intensa. Las temperaturas óptimas de calcinación y atomización pueden determinarse automáticamente mediante el asistente de modelado de superficies de respuesta (SRM), integrado en el software de los instrumentos de AAS de cámara de grafito de Agilent. El asistente de SRM utiliza un modelo matemático basado en los resultados de 12 experimentos para determinar las temperaturas óptimas de calcinación y atomización para la matriz específica de la muestra. Antes de que existiera este sistema, había que acondicionar el tubo de grafito para eliminar la posible contaminación de superficies, preparar el tubo para el análisis y, además, mejorar la eficiencia de la atomización recubriendo el interior del tubo con el modificador seleccionado (si así lo exigía el método). Ahora, esto garantiza que el sistema funcione de forma eficaz desde el inicio del análisis.

## Conclusión

Los sistemas de AAS, tanto los de llama como los de cámara de grafito, son muy sensibles y exactos; sin embargo, tal como sucede con todos los instrumentos, es necesario seguir procedimientos específicos de mantenimiento y optimización para mantenerlos funcionando con un rendimiento óptimo. La introducción de muestras y la nebulización, la preparación exacta de patrones analíticos, la optimización de los parámetros de operación del sistema y la selección de la lámpara de cátodo hueco son aspectos cruciales que hay que abordar para realizar el mantenimiento y minimizar el tiempo de inactividad.

Más información:

Centro de recursos de espectroscopia atómica de Agilent

[explore.agilent.com/spectro-resource-hub](https://www.agilent.com/spectro-resource-hub)

[www.agilent.com/chem](https://www.agilent.com/chem)

DE44413.8783449074

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Impreso en EE. UU., 2 de septiembre de 2021  
5994-3979ES

