

Guía de resolución de problemas y mantenimiento de sistemas de absorción atómica

Consejos, trucos y recomendaciones para garantizar que los instrumentos de absorción atómica estén optimizados y conseguir que rindan al máximo y que los procedimientos normalizados de trabajo (SOP) de mantenimiento sean robustos y fiables.



Autor

Eric Vanclay,
Director del departamento de
Marketing de consumibles
de espectroscopia de Agilent
Technologies (Australia)

Introducción

El objetivo de este artículo es exponer algunos consejos y recomendaciones prácticas que contribuyan al cuidado y el mantenimiento de los instrumentos de absorción atómica (AA) para que mejore también la calidad de los análisis. Las directrices que se proporcionan en él son útiles tanto para la resolución de problemas como para el mantenimiento. Aunque es posible que ya conozca algunos de los consejos que aquí se presentan, encontrará al menos algunas novedades en las recomendaciones de mantenimiento y en las directrices para la resolución de problemas que le permitan mejorar el rendimiento de sus instrumentos y aplicaciones y hacer que su uso sea mucho más sencillo.

Agilent Technologies encargó una encuesta independiente en la que colaboraron directores de laboratorio de distintos segmentos de mercado. El objetivo principal de la encuesta era averiguar cuáles eran los puntos débiles que más preocupan a los directores de laboratorio y descubrir sus problemas más acuciantes. La empresa Frost & Sullivan fue la encargada de llevar a cabo la encuesta en estos cuatro países mediante cuestionarios on-line de 30 minutos de duración en cuatro países: Alemania, Reino Unido, Estados Unidos y China. El total de personas encuestadas ascendió a 700 y todas ellas pertenecían a empresas de distintos tamaños y a departamentos básicos, con diversos campos de experiencia y diferentes funciones.

Los desafíos a los que se enfrentan los directores de laboratorio están vinculados estrechamente con el mantenimiento de los instrumentos y con la adaptación a los requisitos cada vez más complejos de los análisis. Más de la mitad de los laboratorios procesan de 500 a 1.000 muestras cada semana y el 45 % de los encuestados afirmó verse sometido a gran presión para incrementar la cifra de muestras que se analizan por encima de lo que permite su capacidad actual. La productividad se limita en gran medida debido a la cantidad de tiempo que conlleva la preparación de las muestras, al tiempo de inactividad de los instrumentos, ya sea no planificado o bien provocado por un mantenimiento programado, y a la transferencia de métodos y la validación de los instrumentos nuevos. Cuando se preguntó por las causas principales de los tiempos de inactividad no planificados, el 78 % de los encuestados mencionó los problemas con la preparación de las muestras, el 64 % se refirió a las averías en los instrumentos y el 45 % a los errores de los usuarios y los técnicos. La encuesta reveló algunos datos interesantes: uno de cada cinco encuestados afirmaba que el tamaño del laboratorio era un problema y el 75 % consideraba que ese problema se puede resolver diseñando instrumentos que requieran menos espacio.

Lámparas de cátodo hueco

Las lámparas de cátodo hueco de Agilent están disponibles tanto en formato codificado como no codificado. Las lámparas codificadas tienen patillas adicionales en la base que permiten que el instrumento pueda identificar el elemento que debe funcionar con la lámpara. Esto significa que el instrumento ubica y activa automáticamente la lámpara incluso cuando se ha colocado en una posición incorrecta. Las lámparas no codificadas ofrecen unas prestaciones inmejorables y son compatibles con todos los sistemas Agilent y con la mayoría de los sistemas de absorción atómica de otros fabricantes, a excepción de PerkinElmer y Shimadzu. Agilent ofrece a su vez una gama de lámparas de descarga reforzada y alta intensidad, conocidas como lámparas UltrAA, que mejoran la sensibilidad y reducen los límites de detección. Estas lámparas UltrAA utilizan la misma corriente que las lámparas estándar, pero aplican una descarga aumentada dentro de la lámpara para incrementar la intensidad de emisión. El encargado de suministrar la corriente necesaria para ello es un módulo de control secundario, que puede estar integrado en el propio instrumento o ser un módulo externo. Las lámparas UltrAA de Agilent son una gama completa de lámparas de cátodo hueco de descarga aumentada y alta intensidad que pueden sustituir a las lámparas convencionales en las determinaciones con AA. Las lámparas UltrAA reducen los límites de detección para las aplicaciones más exigentes de AA de llama, de cámara de grafito y de generación de vapor y ofrecen:

- hasta un 30 % más de sensibilidad que una lámpara de cátodo hueco convencional,
- un rango más amplio de calibración sin perder la precisión del análisis,
- una vida útil de la lámpara más duradera que supera las 8.000 mAh de funcionamiento,
- un método de funcionamiento más sencillo que solo exige conectarlas para comenzar a utilizarlas.

Los sistemas Zeeman AA de Agilent ofrecen la opción de integrar un módulo de control que se instala en fábrica. También se pueden obtener actualizaciones de campo para otros sistemas AA de Agilent que garantizan una amplia compatibilidad. La gama de lámparas UltrAA de alta intensidad es compatible con todos los instrumentos AA de Agilent. Con las lámparas UltrAA de alta intensidad obtendrá un rendimiento óptimo y asequible en las aplicaciones más exigentes. Las lámparas Agilent UltrAA reducen los límites de detección en las aplicaciones de AA más exigentes.

Agilent también dispone de una completa gama de lámparas codificadas de 50 mm que son compatibles con todos los sistemas AA de PerkinElmer. Ofrecen un funcionamiento económico y un rendimiento idéntico al de las lámparas Lumina originales de PerkinElmer.

Las lámparas de Agilent ofrecen una gran cantidad de ventajas para los usuarios de la absorción atómica. Para empezar, proporcionan un rendimiento óptimo: la combinación de una composición del cátodo patentada y los procedimientos exclusivos de procesamiento de las lámparas garantiza una buena intensidad y sensibilidad, un nivel de ruido bajo y un funcionamiento estable a largo plazo. Además, estas lámparas se han diseñado para brindar un servicio de larga duración gracias a la composición del cátodo patentada y al llenado de gas óptimo de la lámpara. La vida útil habitual de las lámparas de Agilent supera las 5.000 mAh de funcionamiento, lo que reduce los costes operativos y los tiempos de inactividad que provoca el fallo de la lámpara. Otra de sus ventajas es su gran estabilidad. Las lámparas Agilent vienen preacondicionadas para que se puedan utilizar inmediatamente. Todo ello aumenta la productividad y contribuye a un rendimiento óptimo de los instrumentos sin necesidad de acondicionar la lámpara antes de usarla. Las lámparas Agilent se han diseñado, a su vez, para elevar la pureza espectral. Tal y como se muestra en la Figura 1, las lámparas Agilent cuentan con una mancha negra única "de absorción" que es el resultado del exclusivo procedimiento de la lámpara. Esta mancha es en realidad una fina capa de circonio activado, que contribuye a la absorción de las impurezas que pueda haber en la lámpara durante su funcionamiento, lo que aumenta la pureza espectral durante toda la vida útil de la lámpara. Por último, la calidad: las lámparas Agilent se fabrican a mano en una instalación ISO 9001 y siguen unas etapas de proceso probadas. Antes de su envío, cada lámpara se somete a una prueba analítica para garantizar que cumple con los exigentes estándares de intensidad, ruido y estabilidad de Agilent. Los instrumentos de análisis se calibran periódicamente.

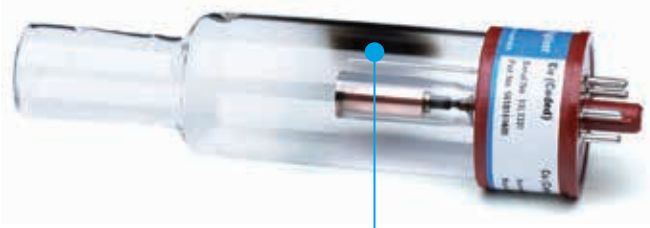


Figura 1. Mancha negra "de absorción" característica, resultado del exclusivo procedimiento de la lámpara. Es posible observar depósitos de material del cátodo durante el funcionamiento de la lámpara.

Rendimiento

El rendimiento de las lámparas de cátodo hueco de Agilent se ha demostrado mediante un análisis de la competencia que se puede consultar en el siguiente enlace: www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/public/5991-5023ES_Hollow_Cathode_Lamps_WhitePaper.pdf. Las lámparas que requieren tiempos de estabilización excesivos o aquellas que nunca alcanzan el equilibrio presentan un problema para los analistas. Una vez comienza el análisis, la deriva en la intensidad de la lámpara puede cambiar la señal analítica, lo que provocará errores significativos. Esto resulta especialmente grave a niveles de trazas, donde la deriva puede ser incluso mayor que la absorbancia de la muestra.

La Figura 2 muestra la estabilidad a corto plazo de las lámparas de selenio (Se) y se destaca en color azul claro la correspondiente a las lámparas Agilent frente a otras de la competencia. Este trazado de la estabilidad se muestra tras un periodo de calentamiento de diez minutos. Mientras la mayoría de las lámparas se estabilizaron adecuadamente, el trazado naranja no lo hizo. También se muestra la estabilidad a largo plazo, a partir de los cálculos de absorbancia que se utilizaron para un patrón de calibración con un nivel de concentración de 120 ppm. Las líneas rojas continuas muestran límites de control con una variación de $\pm 5\%$ con respecto al resultado previsto. La lámpara Agilent, en azul claro, brinda la mayor estabilidad en general con una precisión media por encima del 1 % RSD en todas las mediciones una vez transcurrido un periodo de una hora, frente al peor resultado, que fue inferior al 3 % RSD.

El gráfico inferior presenta la información sobre la vida útil de las lámparas de selenio (Se) y plomo (Pb). La lámpara de Agilent, en diferentes tonos de azul, mostraba la vida útil más larga para ambos elementos, más de cuatro veces superior a la de la lámpara de selenio del competidor más cercano y alrededor de un 20 % más prolongada que la lámpara de plomo del competidor más cercano.

En la Figura 3 se muestra una comparación de las curvas de calibración del plomo (Pb) a 217,0 nm. La lámpara Agilent ofrece una sensibilidad mayor, equivalente al rendimiento que proporciona la lámpara SGM. También se presenta una comparación de las curvas de calibración del cadmio (Cd) a 228,8 nm. La lámpara Agilent es la que proporciona los mejores resultados de sensibilidad y linealidad. Además, se han comparado los límites de detección del instrumento para ambos elementos. En cada caso, la lámpara Agilent proporcionaba el límite de detección más bajo (o el mejor), reduciendo significativamente el límite con respecto a las lámparas de la competencia con precios más bajos.

El estudio también evaluó el rendimiento y la vida útil de la lámpara Agilent con respecto a las lámparas de arsénico (As), cadmio (Cd), oro (Au) y sodio (Na) de varias empresas importantes de la competencia. La lámpara de Agilent presentó la vida útil más larga para todos los elementos, más de 2,5 veces superior a la del competidor más cercano para la mayoría de los elementos y alrededor de un 25 % más prolongada que la del competidor más cercano para la lámpara de sodio.

Existen ciertos errores de concepto con respecto a la técnica de AA y el uso de las lámparas que funcionan con varios elementos. Por ejemplo, algunos usuarios creen que este tipo de lámparas tienen una vida útil más corta y que reducen el rendimiento del análisis. Agilent ofrece una amplia gama de lámparas que se pueden utilizar con varios elementos y que brinda un rendimiento parecido al que se puede obtener con las lámparas que se utilizan con un solo elemento. Como ya se ha demostrado en el caso de la gama de lámparas para varios elementos, cada una de ellas presenta una vida útil razonable, lo que desmiente el mito de la reducción de la misma. En cuanto al rendimiento, hemos observado que cuando la lámpara funciona con la corriente recomendada para una lámpara apropiada para varios elementos, la sensibilidad que se obtiene con ella es comparable a la que podría brindar una lámpara específica para un solo elemento. Es posible detectar un ligero deterioro en el límite de detección que se observa, pero este cambio es relativamente pequeño. Por tanto, el que las lámparas que se usan con múltiples elementos ofrecen un rendimiento deficiente no deja de ser otro mito.

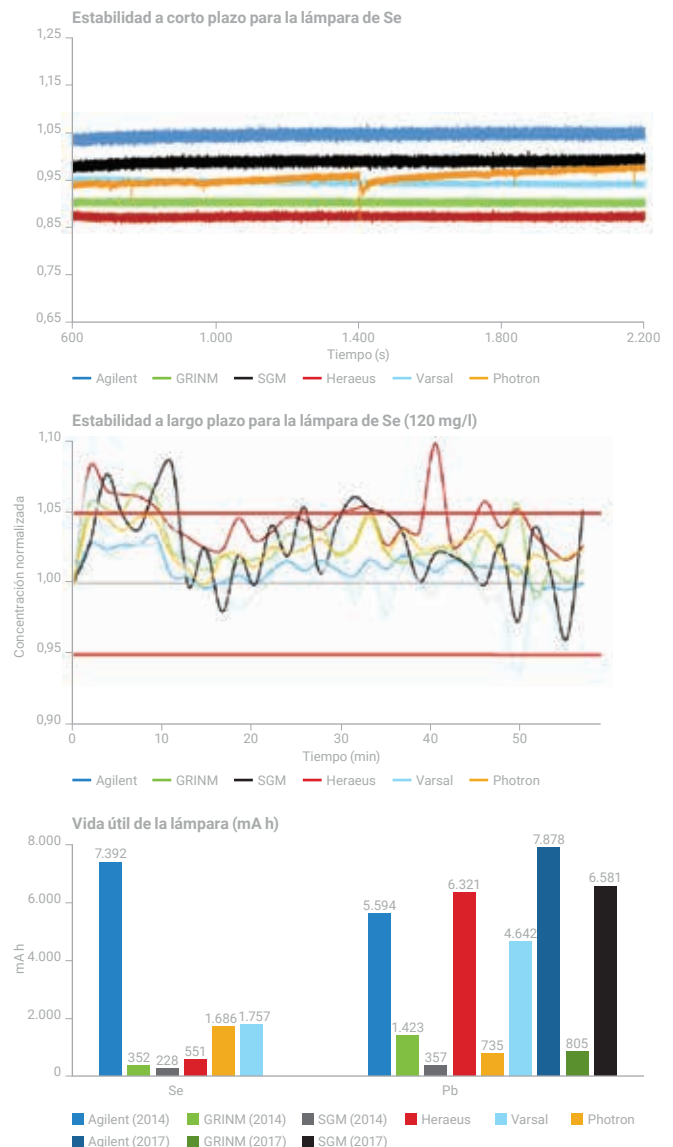


Figura 2.

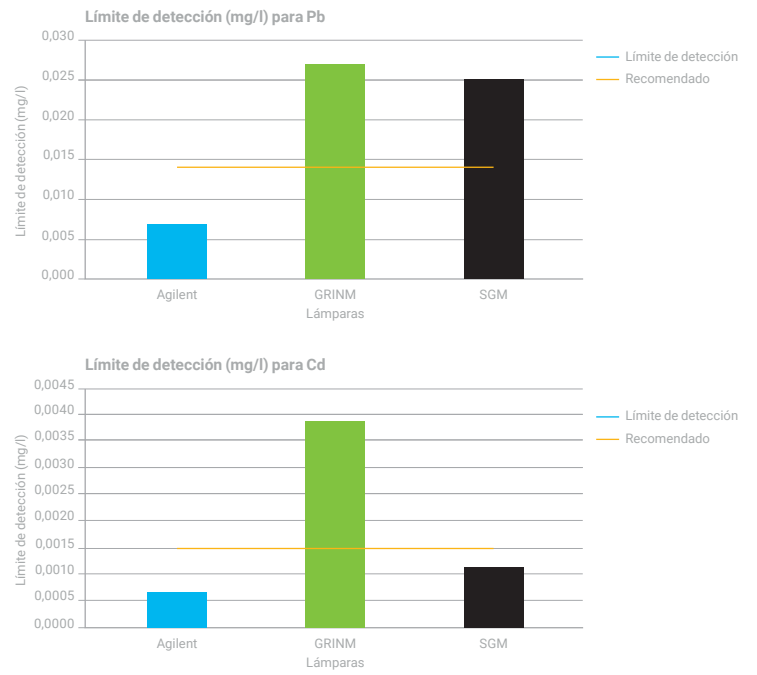
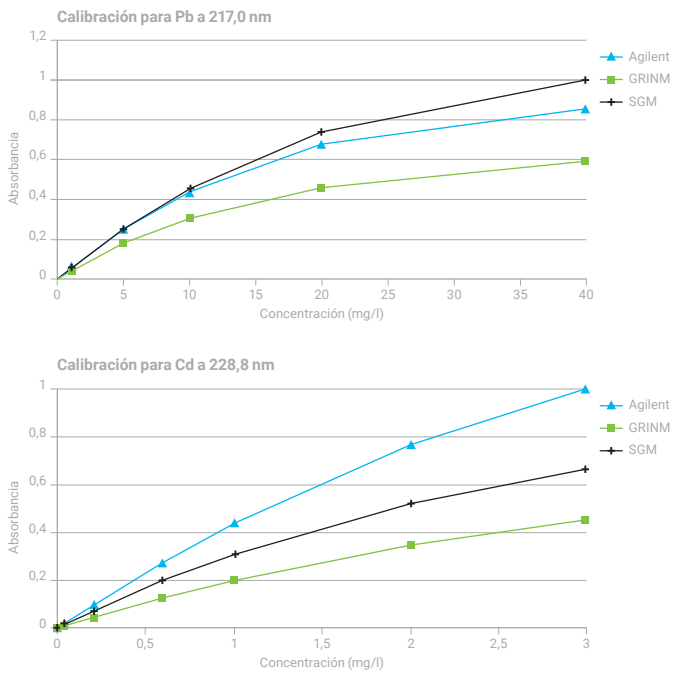


Figura 3.

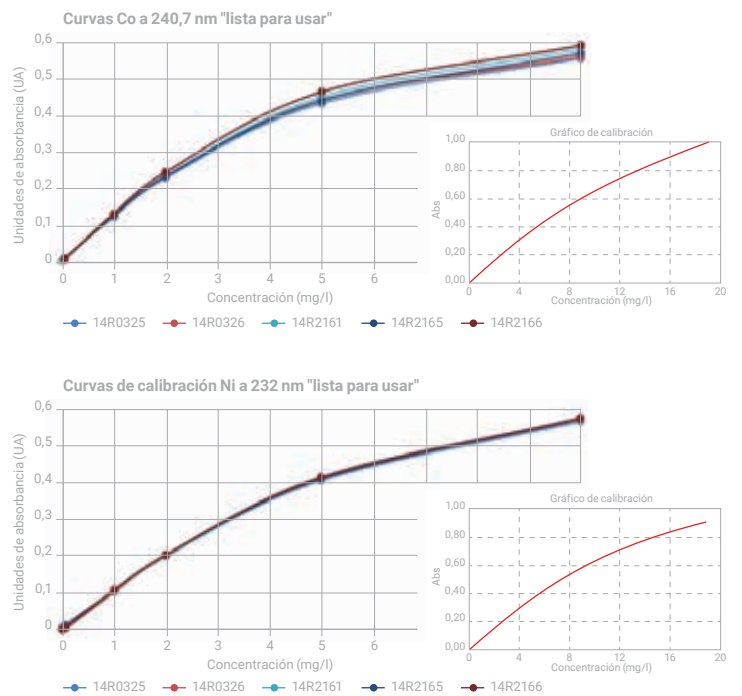
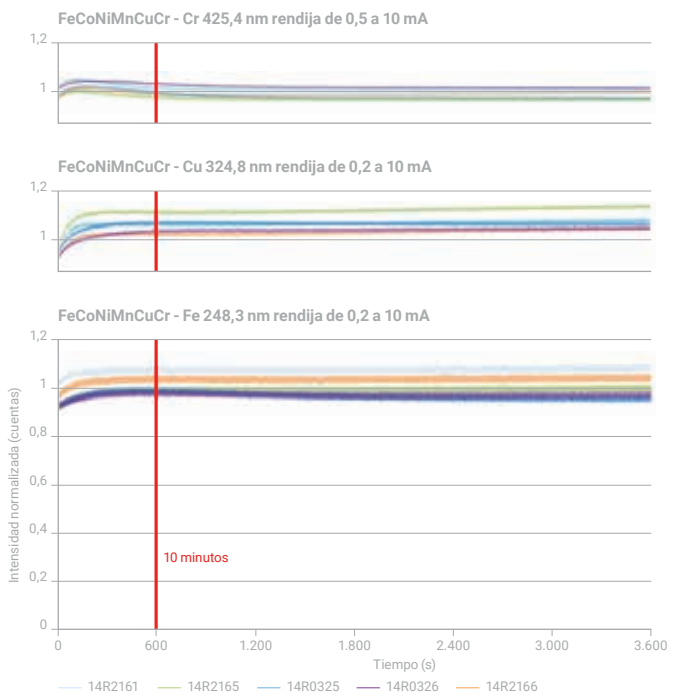


Figura 4.

La Figura 4 establece una comparación del rendimiento en ciertos elementos de una lámpara de varios elementos de Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni. Tal y como muestran los trazados de la zona de la izquierda, la estabilidad a corto plazo para cada elemento es excelente una vez transcurrido el periodo de calentamiento inicial. En la zona de la derecha se muestra el gráfico de calibración prevista para los elementos preconfigurados para AAS de llama. El gráfico de calibración algo mayor revela la sensibilidad que se consigue en esos elementos cuando se utiliza una lámpara para varios elementos. La medida de sensibilidad que se obtiene coincide con el rendimiento previsto en la configuración previa, lo que vuelve a confirmar que no se reduce el rendimiento cuando se utiliza una lámpara para varios elementos, siempre que funcione en las condiciones que se recomiendan para ese tipo de lámpara.

Consejos y recomendaciones para el funcionamiento

Tal y como se ha indicado previamente, las lámparas que se utilizan con varios elementos suelen exigir diferentes condiciones de funcionamiento que las que solo se utilizan con uno. Al utilizar una lámpara para varios elementos es posible que varíen tanto la corriente de la lámpara como la anchura de rendija e incluso la longitud de onda recomendadas. Sin embargo, cuando estas lámparas se utilizan en las condiciones que se sugieren, su rendimiento es equivalente.

¿Qué factores hay que tener en cuenta cuando se utiliza una lámpara de cátodo hueco? En primer lugar, hay que prestar atención a las normas generales de cuidado y de funcionamiento de la lámpara. La lámpara es frágil y ha de evitarse cualquier tipo de golpe o presión excesivos. También se debe garantizar que no queden huellas en la ventana del extremo de la lámpara por la que pasa la luz hacia el interior del sistema óptico del instrumento. Si se acumula la grasa o el aceite que puede dejar la piel en la superficie, se reducirá la transmisión de la luz en la óptica, deteriorando su rendimiento. Todo ello es especialmente importante en el caso de aquellos elementos que cuentan con longitudes de onda de emisión en la zona UV o para aquellos con una intensidad relativamente baja, como las lámparas para arsénico, selenio y níquel.

Siempre es aconsejable que la lámpara se caliente durante diez minutos al comienzo del análisis, lo que permitirá que se estabilicen los resultados y, como ya se ha señalado, que funcione en las condiciones operativas recomendadas. En el caso de las lámparas de Agilent, estas condiciones vienen especificadas en la etiqueta que hay en la base, entre otras, la corriente, longitud de onda y amplitud espectral recomendadas. Cuando se trabaja con la lámpara, es recomendable también monitorizar el rendimiento, especialmente el valor de ganancia que se muestra durante la optimización. Este valor debería compararse con los valores habituales de este parámetro que aparecen en el sitio web de Agilent (www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762). Si existe algún cambio significativo en el valor de ganancia de la lámpara, es posible que indique que está llegando al final de su vida útil. Si se utiliza un sistema de cámara de grafito, es recomendable alinear la lámpara sin que el cabezal del horno interfiera en el paso de luz. Para ello es necesario alinear primero la lámpara y después colocar el cabezal en su posición para, a continuación, alinear el cabezal de forma que se obtenga el máximo caudal de luz a través del cabezal del sistema de cámara de grafito.

Otro tipo de fuente que debería tenerse en cuenta es la lámpara de deuterio, que su sistema AA utiliza para las correcciones de ruido de fondo. En la mayor parte de los instrumentos de AA, la lámpara de deuterio se utiliza especialmente en el rango de longitudes de onda de entre 200 y 400 nm. Por encima de los 400 nm, los resultados que arroja la lámpara no son útiles. En su mayoría, el fondo se observa en el rango de longitudes de 200 a 400 nm. El sistema de corrección del ruido de fondo de Agilent ofrece una gran capacidad de corrección de hasta 2,5 unidades de absorbancia de fondo y facilita correcciones rápidas con un retraso entre lecturas de menos de 2 ms, lo que puede reducir las posibilidades de que se presente un error de corrección que aparece cuando se trabaja con el corrector de ruido de fondo.

Otras preguntas frecuentes sobre la lámpara de deuterio son las siguientes:

- ¿La lámpara está siempre encendida? No. La lámpara solo se enciende cuando se inicia el funcionamiento del instrumento y se apaga posteriormente, a menos que se esté utilizando la corrección de ruido de fondo en el método que se está ejecutando en ese momento.
- ¿Qué vida útil tiene la lámpara? Es imposible prever con precisión un valor específico porque existen demasiadas variables, pero, habitualmente, observamos que la vida útil supera las 1.000 horas de funcionamiento. En el caso de la mayoría de los usuarios que utilizan con frecuencia el corrector de ruido de fondo, lo normal es que haya que sustituir la lámpara una vez al año.

A continuación, ofrecemos otra serie de consejos para que pueda optimizar el rendimiento de su sistema AA.

Evite la obstrucción del nebulizador

Una de las consideraciones más importantes para prevenir la obstrucción del nebulizador es lavar el nebulizador tanto después de cada muestra como, especialmente, durante unos minutos cuando finalice el análisis y antes de que la llama se apague. Todo ello permite que se pueda eliminar cualquier residuo de la muestra que haya en el nebulizador y contribuye a evitar que se obstruya. La preparación de las muestras desempeña también un papel crucial en el proceso: debe eliminarse de ellas cualquier partícula de gran tamaño. Para hacerlo, es necesario filtrar o centrifugar las muestras. Si se recurre al centrifugado, y tanto en el muestreador automático como en el manual, es fundamental recoger la muestra por encima del nivel en el que quedan los sedimentos en el recipiente. Al limpiar los capilares entre las diferentes muestras, se deben utilizar paños que no dejen pelusa, ya que las fibras se pueden acumular y podrían provocar una obstrucción en el nebulizador. Si se obstruye el nebulizador, la mejor opción es desmontarlo por completo y bañar sus componentes con ultrasonidos en una solución con detergente. A continuación, se deberá aclarar el nebulizador y habrá que volver a montarlo. También se puede eliminar la obstrucción de forma inmediata con un alambre de limpieza, pero únicamente debe hacerse para solucionar el problema a corto plazo. Siempre es mejor, sin embargo, tratar de prevenir los problemas teniendo cuidado al preparar las muestras y limpiando el sistema de introducción de muestras.

Ajustar el sistema de atomización también contribuye a que se reduzcan las obstrucciones del nebulizador. Por lo tanto, en la mayor parte de las aplicaciones, las paletas de mezcla se deben ajustar en la cámara de nebulización. Si optimiza la posición de las bolas de impacto, obtendrá la mejor combinación de sensibilidad y precisión. Utilice tubos capilares de diámetro estrecho. Si desea obtener mayor sensibilidad, puede sacar las paletas de mezcla. Puede ajustar la posición de la bola de impacto alejándola del nebulizador. Si utiliza tubos de diámetro ancho, conseguirá una tasa de absorción mucho mayor, es decir, mejorará la sensibilidad. El nivel de ruido aumentará ligeramente, pero la señal se incrementará de forma drástica. De esta forma, el rendimiento general señal-ruido será mucho mayor. En el caso de muestras con mayor complejidad en las que los niveles de sólidos disueltos son altos, es necesario asegurarse primero de que las paletas de mezcla están en su sitio. A continuación, se deberá ajustar la bola para obtener la mayor sensibilidad posible y girar el ajustador de la bola al menos la mitad del recorrido en el sentido de las agujas del reloj hacia el nebulizador desde la posición de sensibilidad óptima. Esto significa que se sacrificará ligeramente la sensibilidad y posiblemente se reduzca aproximadamente un 10 %, pero al estar más cerca del nebulizador habrá menos posibilidades de que se obstruya el sistema de introducción de muestras. Y, por supuesto, también se obtendrá mayor rendimiento y estabilidad a largo plazo.

Es importante tener en cuenta los procedimientos que llevamos a cabo una vez ha finalizado el análisis, ya que también tienen una gran repercusión en el funcionamiento del instrumento. El procedimiento de apagado que se recomienda es el siguiente:

- Aspirar la solución de lavado durante unos minutos antes de apagar la llama para que se limpie el nebulizador y se elimine cualquier residuo de las muestras.
- Apagar la llama y dejar que se enfríe el quemador.
- Retirar el quemador y verter 500 ml de agua en la cámara de nebulización para limpiar cualquier resto de ácido de la trampa de líquidos.
- Vaciar el contenedor de recogida de residuos.
- Cortar el flujo de gases al instrumento.
- Cerrar el software.
- Apagar el instrumento.

Si sigue este procedimiento conseguirá eliminar todos los restos del sistema de introducción de muestras y se limpiarán todos los restos de ácido. Gracias a todo ello, se reducirán las posibilidades de que aparezca una obstrucción y de que se deteriore el instrumental.

Mantenimiento del sistema de introducción de muestras

A continuación exponemos algunas directrices que pueden ayudarle a limpiar el sistema de atomización. El quemador es, posiblemente, la pieza con la que los usuarios tienen más problemas. Para limpiarlo, recomendamos pulirlo, en especial la parte interior de la ranura del quemador. Utilice un abrillantador para metales, como el que sirve para limpiar el latón. Nosotros utilizamos un líquido denominado "Brasso" pero, en caso de no disponer de él, puede utilizar cualquier otro abrillantador para metales que se recomiende para limpiar latón. Con las tiras de limpieza del quemador puede introducir el abrillantador para metales en el interior de la ranura del quemador (ver la parte superior de la Figura 5). A continuación, con la tarjeta, pula la parte interior de la ranura del quemador en ambos lados. El rendimiento aumentará cuanto más se pula esta zona. Si mantiene el quemador limpio y pulido obtendrá un mayor rendimiento y evitará en gran medida las obstrucciones.



Figura 5.

La limpieza de la cámara de nebulización es muy sencilla, solo tiene que desmontarla y lavarla con una solución con detergente. También es crucial evaluar el estado de los componentes que hay en el interior, especialmente la bola de impacto de vidrio. En la parte inferior de la Figura 5 se muestra la apariencia de una bola que se ha utilizado bastante. Se encuentra muy erosionada. Si se observan muchas hendiduras o marcas en la superficie o se ve que está muy erosionada, no estará rindiendo adecuadamente y probablemente esté fragmentando el flujo de muestra. Si esta es la apariencia de la bola, debe sustituirla inmediatamente. La bola de impacto es crucial dado que le permite controlar el rendimiento del instrumento. El ajustador externo de la bola facilita el control de su posición. Si se ajusta la posición de la bola, se puede adecuar el instrumento para conseguir la sensibilidad necesaria. Si aleja la bola del nebulizador, observará un incremento en la señal. La señal debería llegar al máximo y después, a medida que aleja la posición de la bola, la absorbancia debería reducirse de nuevo. El posicionamiento de la bola es vital para ayudarle a conseguir el rendimiento adecuado.

Patrones precisos

Dado que todas las medidas de muestras se realizan en función de la calibración inicial, la precisión del análisis dependerá de la precisión de los patrones de calibración. Los patrones que se utilicen no deben contener agentes contaminantes y, lo más importante, deben estar certificados mediante los métodos más exigentes y robustos y debe haber pruebas que los acrediten. Una "muestra de material de referencia certificado" (CRM, por sus siglas en inglés) se define como un material de referencia que se suministra junto a un certificado que acredita que uno o más de sus valores de concentración se han certificado a través de un procedimiento que establece su trazabilidad a una unidad o patrón precisos, y en el que cada valor certificado viene acompañado de su incertidumbre a un nivel declarado de confianza.

El uso del CRM para preparar patrones de calibración mejora la precisión, define la trazabilidad y permite la cuantificación de la incertidumbre en las medidas. Otra de las razones por las que los clientes prefieren utilizar CMR tiene que ver con las normativas. Los organismos reguladores nacionales, como la National Association of Testing Authorities (Asociación Nacional de Organismos de Análisis; NATA) de Australia y el Servicio de Acreditación del Reino Unido (UKAS) exigen cada vez más a los laboratorios acreditados por la ISO Guía 34 que utilicen CMR, siempre que sea posible y razonable, para verificar y validar sus métodos.

El CMR de Agilent se fabrica en una instalación que cumple los requisitos de las normas ISO 9001 e ISO Guía 34, y está certificado en un laboratorio de ensayo certificado según la norma ISO/IEC 17025. Los patrones de Agilent emplean los elementos y los compuestos disponibles con la pureza más alta (habitualmente superior al 99,999 %), así como ácidos y disolventes de la mayor pureza. Se realizan ensayos y análisis en las materias primas para localizar trazas de impurezas a través del sistema ICP-MS de Agilent. Los metales se limpian previamente con ácido y se aclaran con agua de gran pureza, mientras que las sales se secan hasta alcanzar un peso constante. Las soluciones se preparan de forma gravimétrica en un entorno ultralimpio. Las digestiones ácidas se llevan a cabo en contenedores de polietileno de alta densidad (HDPE) o de politetrafluoroetileno (PTFE), que se han limpiado previamente para evitar que se contaminen con el

recipiente de reacción. Las básculas y los matraces aforados se calibran de acuerdo con los procedimientos que establece el NIST. Los patrones de petróleo se mezclan en reactores de HDPE o vidrio que se han limpiado previamente.

Los CRM para espectroscopia de Agilent están acreditados según el protocolo de espectroscopia de alto rendimiento desarrollado por el NIST y mediante los métodos químicos en húmedo tradicionales (volumetría o gravimetría). La trazabilidad de la concentración certificada y la incertidumbre llega hasta la lista de patrones de espectrometría y SRM 3100 del NIST, con el fin de garantizar una precisión y trazabilidad máximas. Antes de enviarse, los patrones se envasan en recipientes de HDPE limpiados previamente y en bolsas selladas de polietileno con precinto de garantía. Antes de usarse, los recipientes se lavan con ácidos lixiviados y se aclaran tres veces con agua desionizada. Los patrones tienen una larga vida útil (de hasta 18-24 meses), confirmada por los estudios de estabilidad a largo plazo realizados como parte de los requisitos de la acreditación según la Guía ISO 34.

Todos los patrones de Agilent vienen acompañados de un certificado de análisis (CoA) completo. Las impurezas a nivel de trazas se analizan con un sistema ICP-MS de Agilent y los resultados se incluyen en un certificado de análisis para los patrones para ICP-OES/ICP-MS.

Agilent proporciona una línea completa de CRM para espectroscopia fabricados siguiendo los requisitos de ISO 17025 e ISO Guía 34 para aplicaciones de AA, MP-AES, ICP-OES e ICP-MS. Agilent también ofrece una completa gama de patrones de uno o varios elementos, organometálicos y biodiésel, el disolvente puro y el aceite común que se utiliza como base en la preparación de los patrones de trabajo para los análisis de aditivos de lubricante, los metales de desgaste y los productos derivados del petróleo. Los patrones organometálicos y de biodiésel de Agilent se basan en métodos exclusivos para sintetizar materiales organometálicos que brindan la pureza y la estabilidad necesarias para fabricar esta gama de CRM de uno o varios elementos en matrices orgánicas, que también cuentan con la certificación ISO Guía 34. Con los CRM de Agilent, su laboratorio tiene una garantía de calidad, pureza y uniformidad.

A continuación, proponemos una serie de cuestiones que hay que tener en cuenta cuando se preparan los patrones de calibración. En principio nos centraremos en los temas habituales que probablemente todo el mundo conoce, pero que en ocasiones olvidamos, y en aquellos procedimientos correctos que a veces no llegamos a seguir:

- ¿Ha alcanzado el patrón su fecha de caducidad?
- ¿Se trabaja con las pipetas mejor calibradas y con el material de vidrio de mayor calidad?
- ¿Se comprueba regularmente la precisión de las pipetas?
- ¿Se utiliza agua desionizada para reducir al máximo la contaminación?
- ¿Se utiliza la dilución en serie para evitar que se produzcan errores de dilución graves?
- ¿Cuál es el estado de las muestras almacenadas? Los patrones deben estar acidificados para garantizar que su estabilidad es óptima. Los recipientes de plástico (de PFA o de FEP) aseguran una mayor estabilidad.

¿Se reponen los patrones con asiduidad? En concreto, si se trabaja a niveles de trazas es crucial que se preparen patrones nuevos cada vez que se utiliza el instrumento, es decir, puede ser a diario o una vez a la semana, según la carga de trabajo de muestras.

Reducción de la contaminación

Es necesario tener en cuenta las posibilidades de contaminación, dado que puede proceder de cualquier elemento que esté en contacto con las muestras, ya sea durante el almacenamiento, durante la digestión o en el análisis. Tenga en cuenta la pureza del reactivo: trate de encontrar el mejor reactivo posible y asegúrese de que compruebe su certificado de análisis.

La pureza puede variar entre los diferentes lotes. ¿Qué nivel de posibles sustancias contaminantes hay en la muestra? Al comprobar el certificado de análisis podremos observar si existen elementos en niveles superiores, lo que podría provocar problemas en la aplicación. Asegúrese de volver a sellar inmediatamente los reactivos cuando termine de usarlos.

Otra de las causas más habituales de contaminación es el agua de grado reactivo. Si no se utiliza agua desionizada o no se mantiene adecuadamente el sistema de agua, podrían surgir problemas. Si se utilizan puntas de colores para las pipetas, es posible que se introduzca cierta contaminación, especialmente cuando trabajamos con elementos como el cobre, el hierro, el zinc y el cadmio. Es más recomendable utilizar puntas transparentes.

Mejora de la precisión

Para mejorar la precisión, es necesario centrarse en los procedimientos de digestión de las muestras. Compruebe que está utilizando la digestión adecuada. Debe asegurarse de que el método que se va a utilizar es el adecuado para la aplicación. Este paso es igualmente importante si se trabaja con un sistema de digestión en bloque o incluso en uno por microondas.

¿Se ha comprobado que no hay pérdida de analitos durante la digestión? ¿Se ha comprobado que no se introduce contaminación durante la preparación? Para hacerlo, utilice un CRM en el proceso de preparación y de análisis. También es buena idea comprobar que el sistema funciona correctamente.

Para verificar que no hay contaminación, es recomendable trabajar con un blanco de reactivo e incluirlo en cada lote de muestras que se preparen. Esto significa que habrá que recoger el agua de grado reactivo durante el proceso de preparación. Si se realizan medidas como si fuera una muestra y se observan niveles algo más elevados, es posible que estén indicando que existe contaminación. Es aconsejable utilizar el blanco de reactivo en todos los análisis. Aunque no es necesario comprobar el proceso de digestión en cada análisis que se ejecute, es recomendable hacerlo de forma periódica y especialmente cuando se está configurando un método nuevo.

Sensibilidad analítica

En la fase final, es importante comprobar la sensibilidad analítica que estamos obteniendo si queremos mejorar el rendimiento del instrumental. Uno de los problemas más habituales de los usuarios es la alineación con el quemador. Es necesario que la posición del quemador sea óptima tanto en vertical como en horizontal y en rotación. Para hacerlo, lo mejor es utilizar las tiras de limpieza y alineamiento del quemador. Se pueden colocar en el quemador y luego utilizarlas como referencia para garantizar que el quemador está correctamente alineado con la luz de la lámpara de cátodo hueco.

De esta forma, se puede comprobar de forma muy rápida que el haz de luz tiene una trayectoria paralela a la ranura del quemador. También es recomendable comprobar la tasa de absorción del nebulizador. Lo ideal es que se mantenga dentro de un rango cercano a los 5 ml/min. Si existe una obstrucción y el tiempo de toma de muestras es bajo, es posible que necesite ajustar o limpiar el nebulizador. Una vez que se hayan realizado estos ajustes previos, será necesario aspirar el patrón y luego optimizar el sistema para conseguir la máxima sensibilidad. En esta fase debemos centrarnos en factores como la posición de la bola de impacto, de forma que podamos asegurarnos de que el ajustador nos proporciona una sensibilidad y precisión óptimas.

A continuación, debemos fijarnos en la composición química de la llama: la estequiometría es especialmente importante en el caso de aquellos elementos para los que se utiliza una llama de óxido nitroso o de acetileno e incluso para los que se usa una llama de aire y acetileno. Al ajustar los flujos de gas se modifica la sensibilidad y se optimiza el rendimiento.

El ajuste del flujo de acetileno pasa a ser crucial cuando estamos utilizando una llama de óxido nitroso o de acetileno. En la Figura 6 se puede observar un ejemplo de la optimización de las condiciones en el caso de un quemador de óxido nitroso y acetileno. Habitualmente se utiliza este tipo de quemador cuando es necesario medir la máxima cantidad posible de elementos refractarios. Todos estos elementos suelen requerir que se añada una cantidad adicional de acetileno a la llama para conseguir una atomización adecuada y obtener una buena señal. Normalmente, cuando se ejecutan análisis con la llama de óxido nitroso, es habitual tener que añadir una cantidad adicional de acetileno. En las condiciones de análisis preconfiguradas se pueden observar notas que a menudo hacen referencia a la pluma o a la altura del cono de la llama. Se refieren a la altura de la zona coloreada que se muestra en la Figura 6. Para conseguir una llama rica en elementos, es necesario incrementar el flujo de acetileno a ocho litros por minuto.

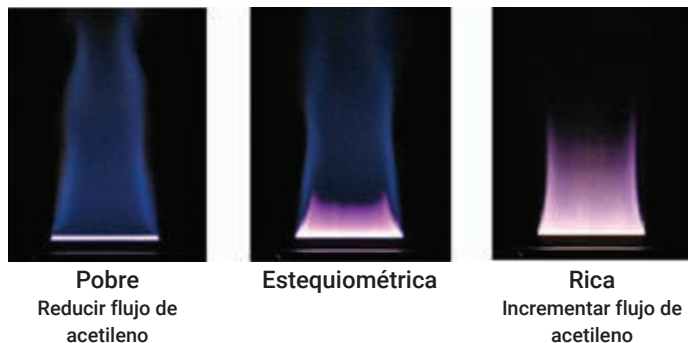


Figura 6.

Programa de mantenimiento recomendado

A continuación ofrecemos algunas directrices de mantenimiento útiles. Son programas de mantenimiento recomendados para absorción atómica de llama. Tenga en cuenta que únicamente son recomendaciones sobre las condiciones, los tiempos pueden variar en función de la aplicación que utilice o de la carga de trabajo. Se deberán adaptar de la manera oportuna de acuerdo con el uso que se le esté dando al instrumental.

Lo más importante son las comprobaciones que se deben hacer cada vez que se emplea el instrumento. Cuando vaya a comenzar el análisis, compruebe que hay suficiente gas en los cilindros. En el caso del acetileno es especialmente importante asegurarse de que no haya arrastre de acetona en la caja de gas del instrumento. Compruebe que el escape funciona correctamente. Verifique la tasa de absorción del nebulizador y examine el quemador para asegurarse de que está limpio y preparado para el análisis. Tras todas estas comprobaciones, puede comenzar a ejecutar el análisis.

Cuando finalice el análisis, asegúrese de seguir todas las recomendaciones sobre el procedimiento de apagado para lavar el sistema de introducción de muestras y vaciar el contenedor de residuos. También es recomendable limpiar las superficies exteriores del sistema de absorción atómica, en concreto las del compartimento de la muestra, para garantizar que no quedan residuos de ácido que se puedan acumular en ellas.

El quemador y el sistema de atomización de llama se deben limpiar una vez a la semana o cuando se considere oportuno. Al hacerlo, no olvide examinar los componentes, especialmente la bola de impacto y el estado de las juntas tóricas, para asegurarse de que están en las condiciones adecuadas. Si las juntas están deterioradas, estropeadas o han cedido, sustitúyalas de inmediato o no funcionarán ni sellarán correctamente. Compruebe regularmente las ventanas ópticas del instrumento y límpielas cuando sea oportuno.

Si sigue estas directrices, conseguirá que el rendimiento del instrumental sea adecuado y uniforme.

Consumibles principales para el sistema de absorción atómica

Le ofrecemos algunas directrices generales sobre los tipos más habituales de consumibles que debería tener a mano cuando vaya a utilizar los instrumentos. Todos ellos requieren lámparas de cátodo hueco y los patrones que se usan durante la calibración (CRM). En el caso de los sistemas de absorción atómica de llama, únicamente es necesario contar con piezas del sistema de introducción de muestras, como bolas de impacto, tiras de limpieza para el quemador, componentes del nebulizador, capilares, etc. Si existe una obstrucción o una rotura, se puede desmontar el nebulizador, sustituir la pieza y seguir ejecutando el análisis.

Aunque en esta presentación no hemos hecho hincapié en otras técnicas de absorción atómica, existen otros consumibles que pueden resultarle útiles. En el caso de los sistemas de absorción atómica con cámara de grafito, es recomendable tener a mano tubos de grafito, viales para muestras, capilar de distribución y jeringa para el muestreador automático y modificadores de matriz. Para los sistemas de absorción atómica de generación de vapor es útil contar con celdas de atomización de cuarzo, tubos para bomba peristáltica y tubos conectores.

Agilent ofrece una amplia gama de los llamados kits de consumibles: kits de consumibles de funcionamiento que, básicamente, reúnen todos los consumibles necesarios con un solo número de pieza. Ofrecemos estos kits para sistemas de absorción atómica de llama (Figura 7) y con cámara de grafito, así como para algunas otras técnicas y otros accesorios que pueda necesitar. Cada uno incluye todos los componentes necesarios para el funcionamiento del instrumento en operaciones rutinarias durante todo un año.

Componentes del kit de consumibles de funcionamiento

1 venturi del nebulizador, PEEK

1 kit de capilares para nebulizador

1 bloque de nebulizador, fluorado

1 paquete con 5 bolas de impacto de vidrio

1 paquete de capilares para altas concentraciones de sólidos, 3 m

1 kit de juntas tóricas Mark 7, para muestras acuosas

1 paquete con 5 paletas de mezcla, fluoradas

1 paquete con 100 tarjetas de limpieza y alineamiento del quemador



Figura 7.

Contar con uno de estos kits es una buena forma de garantizar que dispone de los repuestos adecuados cuando los necesite. Los kits de consumibles de funcionamiento se pueden pedir de forma anual para garantizar el rendimiento óptimo de los instrumentos durante todo el año.



Figura 8.

La Figura 8 muestra un resumen de la gama de productos de espectroscopia atómica de Agilent. Agilent cuenta con una completa gama de instrumentos que va desde los sistemas de absorción atómica de llama hasta ICP-QQQ e ICP-MS de alta gama con capacidad MS/MS, que brindan un control único sobre la eliminación de interferencias en modo de reacción. Independientemente de la técnica que se emplee o del tipo de análisis que se ejecute, Agilent cuenta con los productos necesarios para la aplicación que esté utilizando.

Resumen

En este documento se han facilitado algunos consejos y directrices para ayudarle a conseguir un rendimiento óptimo y que los instrumentos proporcionen datos de calidad. La mayor parte de las dificultades a las que se enfrenta dependen de las condiciones del sistema de introducción de muestras y de su configuración. Si le presta atención a la configuración, al estado y al mantenimiento de este sistema y de sus componentes, como el nebulizador, el quemador y la cámara de nebulización, entre otros, conseguirá optimizar su rendimiento.

Los depósitos que se encuentran en el sistema de introducción de muestras pueden repercutir en la velocidad de la muestra que llega a la llama, ya que pueden causar una deriva de la señal e introducir contaminación. Un mantenimiento adecuado de esta zona contribuye a mejorar los resultados y la calidad de los datos, así como a solucionar los problemas que puedan surgir. Para facilitar que los analistas puedan identificar y solucionar los problemas que aparezcan, defina procedimientos de mantenimiento rutinarios.

Los consejos y directrices que facilitamos en este documento le ayudarán a mantener en buen estado sus instrumentos y a optimizar su rendimiento y productividad.

Recursos

Por último, le proporcionamos un resumen y una serie de recursos adicionales que pueden resultar útiles. Agilent ha desarrollado recientemente una página llamada "AA Resource Hub" (Centro de recursos sobre AA) que contiene información sobre instrumentos de absorción atómica para usuarios (www.agilent.com/es-es/promotions/aa-resources). Una de las características principales de esta página es la existencia de videos sobre mantenimiento y resolución de problemas tanto de absorción atómica de llama, como de absorción atómica de cámara de grafito y de lámparas de cátodo hueco.

A continuación, facilitamos una lista de recursos adicionales que pueden brindar asistencia a los usuarios de los sistemas de absorción atómica:

[Preguntas frecuentes sobre lámparas](#)

[Piezas y consumibles de los sistemas de absorción atómica](#)

[Notas de aplicación](#)

[Catálogo de consumibles para espectroscopia](#)

[Patrones/CRM](#)

[Consumibles para instrumentos PerkinElmer](#)

[Seminarios web sobre espectroscopia atómica](#)

[Guía de referencia rápida sobre AA](#)

Información sobre el autor

Eric Vanclay es jefe de marketing de productos de consumibles de espectroscopia en Agilent Technologies con sede en Melbourne, Australia. Se graduó en la Monash University de Melbourne, Australia con el título de Licenciado en Ciencias, especialidad Química en 1985. Eric empezó a trabajar en Varian en 1988 y ha desempeñado numerosas funciones, como especialista de productos de absorción atómica, jefe de productos de absorción atómica, jefe de marketing para exportación, especialista en aplicaciones/ventas de campo para Europa (espectroscopia atómica), jefe de productos de ICP-OES y jefe de productos de MP-AES. Después de la adquisición de Varian por Agilent Technologies, Eric asumió el cargo de jefe de marketing de productos de consumibles de espectroscopia, con responsabilidad de soporte de ventas de campo, soporte al cliente, desarrollo de los productos y marketing de los consumibles de espectroscopia. Cuenta con más de 30 años de experiencia con todas las técnicas de espectroscopia atómica.



www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE. UU., 11 de abril de 2019
5994-0858ES

