

Maximice el funcionamiento continuado y el rendimiento de su instrumento ICP-OES

Consejos, trucos y recomendaciones para garantizar que los instrumentos ICP-OES están optimizados para conseguir que rindan al máximo y que los métodos y aplicaciones sean robustos y fiables.



Autor

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

Introducción

Agilent Technologies ha encargado una encuesta global independiente a directores de laboratorio con el objetivo principal de conocer cuáles son sus quebraderos de cabeza instrumentales y del laboratorio y desarrollar en consecuencia estrategias para ocuparse de estos problemas.

Un objetivo secundario fue descubrir las principales diferencias que encuentran estos directores de laboratorio con respecto al funcionamiento de los instrumentos. En la encuesta, llevada a cabo por Frost & Sullivan, participaron 700 personas de cuatro continentes: Alemania, Reino Unido, Estados Unidos y China; los individuos encuestados variaron en cuanto a experiencia, tamaño de la empresa, cargo y función principal. Los principales resultados de esta investigación pueden encontrarse en:

www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2017/07jun-ca17019.html

Lo que se hizo evidente a partir de la encuesta es que la mayoría de los usuarios desea reducir el tiempo de mantenimiento y de inactividad, así como mejorar el flujo de trabajo global en el laboratorio. En consecuencia, este artículo describirá algunas sugerencias que pueden ayudar a maximizar el rendimiento de ICP-OES y solucionar problemas frecuentes que se encuentran en el laboratorio.

Evite la obstrucción del nebulizador

¿Cómo podemos reducir o evitar la obstrucción del nebulizador? Recuerde que, en la nebulización de la muestra, los flujos suelen ser relativamente bajos. El fino capilar que lleva la muestra a la cámara de nebulización tiene una escasa tolerancia a los sólidos sin disolver y a las partículas grandes. De este modo, al analizar muestras más complejas existe un elevado riesgo de obstrucción tanto del anillo como del capilar para nebulizador, lo que provoca problemas de sensibilidad. ¿Qué se puede hacer con esto? En primer lugar, y lo más importante, asegurarse de que el sistema de introducción de muestras se lava con un blanco reactivo adecuado antes de apagar el plasma. De este modo se evitará que se produzca deposición en el propio nebulizador. En segundo lugar, considere sus estrategias de preparación de muestras: filtrar o centrifugar las muestras para eliminar partículas puede ayudar a evitar la obstrucción del nebulizador. Para muestras más complejas, el uso de una protección para el muestreador automático también puede ayudar a evitar que se transfiera polvo o suciedad a las muestras mientras están depositadas y a la espera del análisis. Además, ajustar la altura de la sonda del muestreador automático de modo que el muestreo tenga lugar por encima de cualquier sólido disuelto o precipitado puede ayudar a reducir la posibilidad de obstrucción del nebulizador. La palabra clave que hay que recordar es “prevención”.

Otro planteamiento para reducir la posibilidad de obstrucción del nebulizador, en particular con muestras más complejas, es usar el accesorio humidificador de argón (Figura 1, derecha). Los finos tubos que hay en el interior de la botella son en realidad una membrana permeable. Al rellenar la botella con agua desionizada, la membrana permeable permite que el agua humidifique el gas del nebulizador. Un gas del nebulizador húmedo que fluye a través del nebulizador puede ayudar a reducir la posibilidad de obstrucción debido a la acumulación de sal y, en consecuencia, a reducir la deriva. La Figura 1 (izquierda) ofrece también un ejemplo

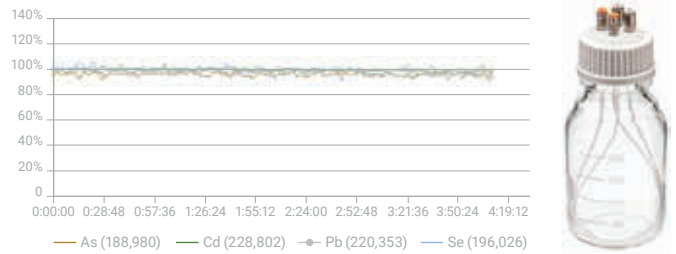


Figura 1.

de una muestra más compleja: cloruro sódico al 25 % durante más de cuatro horas con aspiración continua, usando un sistema de introducción de muestras adecuado para gran cantidad de sólidos disueltos, incluido el accesorio humidificador de argón. Se consiguió estabilidad a largo plazo con una precisión < 2,5 % durante todo el período de la prueba.

Un tercer planteamiento para reducir o evitar la obstrucción del nebulizador es filtrar las muestras antes de su análisis. Está claro que la mayoría de los usuarios debería adoptar este planteamiento, pero muchos prefieren no hacerlo porque afecta a la productividad. Sin embargo, es muy recomendable. Como ejemplo, la Figura 2 muestra que los filtros de jeringa Agilent Captiva solo precisan cuatro pasos para aprovechar las ventajas de la filtración.

Además de filtrar las muestras, también es necesario recordar algunas cosas desde el punto de vista de preparación de muestras que pueden ayudar, en primer lugar, a mejorar la exactitud de los resultados y, en segundo lugar, a reducir la posibilidad de obstrucción del nebulizador. Tenemos que considerar si estamos trabajando con el procedimiento de digestión más adecuado.

¿Se extraen y disuelven los analitos de forma cuantitativa? En muchos casos, las digestiones con las que trabajamos podrían ser solo una extracción parcial y podríamos afrontar además la posibilidad de que algunos analitos volátiles se pierdan durante



Antes de llenar la muestra, aspire aproximadamente 1 ml de aire dentro de la jeringa. Esto minimizará la retención de líquidos.

Introduzca la muestra en la jeringa y luego aspire aproximadamente 1 ml de aire. Invierta la jeringa y limpie los residuos de la punta.

Conecte la jeringa al filtro de la jeringa usando una conexión Luer. Gírela suavemente para asegurar un sellado seguro.

Filtre el contenido de la jeringa en un vial. Después, retire el filtro de la jeringa, aspire aire dentro de la jeringa, vuelva a colocar el filtro de la jeringa y presione el émbolo para filtrar la muestra residual. Esto maximizará la recuperación de la muestra.

Figura 2.

la digestión. Aquí es donde deberíamos tomar un material de referencia certificado, de preferencia uno sólido, a través de los procedimientos de preparación de muestras y análisis. De este modo, podemos comprobar si se produce pérdida de analitos durante los pasos de digestión. Además, debemos comprobar si la digestión continúa estable o si se producen precipitados o suspensión después de la digestión, o si aparece contaminación. Para verificar esto, se debe trabajar con un blanco reactivo. Idealmente, debe incluirse con todos los lotes de muestras; es decir, tomar una muestra de agua pura en todo el proceso de preparación de muestras. Con una muestra de agua pura, los resultados esperados deben ser muy próximos a cero. Si se observan valores superiores, para cualquier analito en esa muestra en particular, la posible contaminación queda evidenciada y es necesario realizar una investigación para identificar la procedencia de esta contaminación en particular.

Hasta ahora, hemos tratado estrategias para prevenir la obstrucción del nebulizador, pero las obstrucciones continúan teniendo lugar. La siguiente pregunta que hay que contestar es ¿cómo se pueden eliminar las obstrucciones? Es importante recordar que los nebulizadores son frágiles, por lo que nunca se deben limpiar en baño de ultrasonidos ni con un alambre para la limpieza (en caso de nebulizadores concéntricos de vidrio convencionales o de nebulizadores OneNeb). Para eliminar una obstrucción del nebulizador, se debe hacer un retroflujo en el nebulizador con una herramienta dedicada a la limpieza del nebulizador; este planteamiento es muy eficiente y permite introducir a la fuerza una solución de limpieza, normalmente metanol, a través de la punta del nebulizador. Si no se tiene una herramienta de limpieza, se puede conseguir el mismo efecto aplicando aspiración en la parte posterior del nebulizador; por ejemplo, usando tubos para bomba peristáltica o aplicando una conexión de vacío a la parte posterior del nebulizador. Para depósitos tenaces en el nebulizador, se recomienda sumergir el nebulizador durante toda la noche en ácido nítrico concentrado.

Limpie el sistema de introducción de muestras

¿Cómo limpiamos y mantenemos esos otros componentes críticos del sistema de introducción de muestras del ICP-OES? El primer componente que hay que tener en cuenta es la cámara de nebulización. La cámara de nebulización concéntrica de vidrio es probablemente el tipo más frecuente de cámara de nebulización que se usa en la actualidad en los sistemas ICP-OES y, en la mayor parte de los casos, funcionará de manera eficaz, pero con el tiempo pueden acumularse gotas en sus paredes (Figura 3). En tal caso, es necesario limpiar inmediatamente la cámara de nebulización, pues la formación de gotas afectará a la precisión. La mejor forma para limpiar la cámara de nebulización es sumergirla durante toda la noche (preferiblemente durante 24 horas) en una solución detergente al 25 % (tanto Triton X-100 como Decon o Fluka RBS 25 limpian eficazmente). Después de la limpieza, la cámara de nebulización debe lavarse y devolverse al instrumento lista para el siguiente análisis.

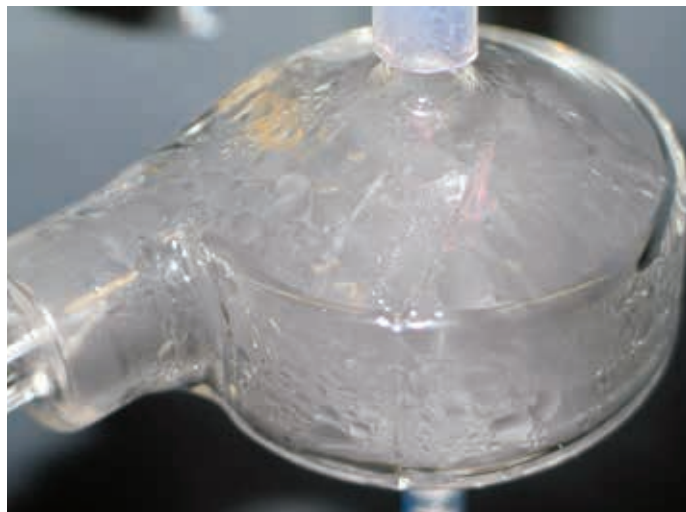


Figura 3.

El siguiente componente que hay que considerar es la antorcha del instrumento ICP-OES. Para limpiar la antorcha del instrumento ICP-OES Agilent serie 5100, el tubo exterior debe sumergirse en agua regia (mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico) durante una hora; Agilent ofrece un soporte de limpieza muy práctico con este fin. Después de la limpieza, es necesario lavar tanto el interior como el exterior de la antorcha con agua desionizada y gas comprimido (aire, nitrógeno o argón), bombeado a través de los tres puertos de suministro de gas con el fin de eliminar el líquido que pueda quedar.

Para sistemas más antiguos, como el instrumento ICP-OES Agilent serie 700, el proceso es esencialmente el mismo, salvo que la antorcha debe sumergirse toda la noche para eliminar cualquier depósito que se haya formado. De nuevo, después de la limpieza debe lavarse a fondo para eliminar el líquido que pueda quedar y, después, es muy importante secarlo cuidadosamente antes de devolverse al instrumento.

En los instrumentos ICP-OES serie 700, es necesario colocar la antorcha manualmente, por lo que, después de colocar la antorcha en su soporte, deben verificarse los ajustes: la distancia entre la bobina de RF y el tubo intermedio debe ser de 2-3 mm. De esta forma se asegurará la correcta ubicación para lograr eficientemente la formación del plasma y la excitación de la muestra. La rutina de alineación de la antorcha también proporciona un medio para verificar que la antorcha se encuentra en la posición correcta; esta rutina permite ajustar la colocación tanto vertical como horizontal de la antorcha, asegurando que el instrumento mire a la región de máxima intensidad desde la antorcha (Figura 4). Esto también puede resultar una forma muy útil de realizar una rápida verificación de funcionamiento en el instrumento, pues la intensidad máxima debe ser uniforme todos los días. Los cambios en lectura de intensidad para la muestra indican la existencia de una posible obstrucción en otro lugar del instrumento. De forma similar, los ajustes ideales para la posición horizontal y vertical de la antorcha también deben permanecer bastante uniformes y, de nuevo, repentinos cambios en ellos podrían indicar otro problema con la antorcha.

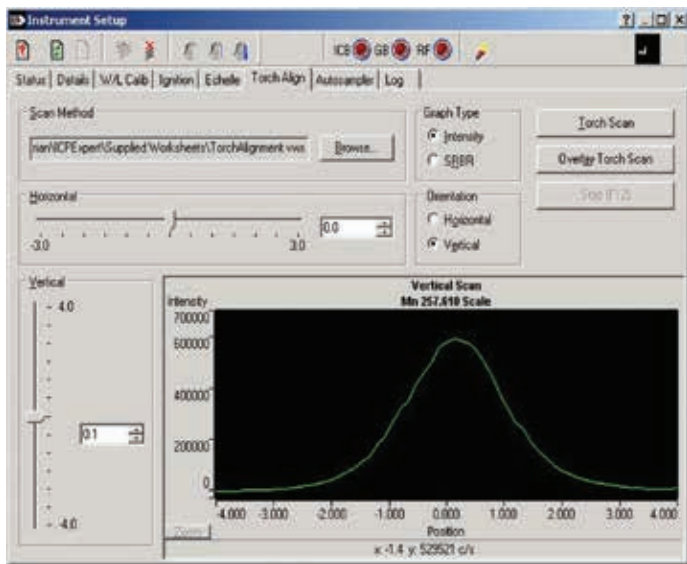


Figura 4.

Prepare patrones precisos

Consideremos ahora otro planteamiento que podemos usar para sacar el máximo rendimiento de nuestro instrumento: cómo preparamos los patrones de calibración. Para una cuantificación exacta, siempre necesitamos un patrón de composición conocida para calibrar el instrumento, de modo que podamos medir las especies desconocidas que haya en la muestra concreta.

La exactitud del análisis depende totalmente de lo bien preparados que estén los patrones. Los errores cometidos o la contaminación introducida durante la preparación provocarán resultados inexactos y otros problemas. Esto puede suponer un tiempo de inactividad de los instrumentos mientras trata de solucionar estos problemas. Puede dedicar tiempo a preparar patrones nuevos y volver a medir las muestras; al hacerlo, usar el instrumento más tiempo conlleva una sustitución más rápida o prematura de los consumibles del instrumento. Si su laboratorio está autorizado, en el peor de los casos podría dejar de superar una auditoría y perder la acreditación del laboratorio ISO. Es mucho lo que está en juego.

Por ello es por lo que recomendamos trabajar con materiales de referencia certificados a la hora de preparar patrones de calibración. Agilent ofrece estos materiales de referencia certificados fabricados según ISO 9001 Guía ISO 34 y certificados en un laboratorio de análisis ISO 17025 (Figura 5). Además, todas las materias primas y los disolventes se analizan para ver si tienen impurezas antes de la preparación. Los patrones son trazables; se han certificado usando protocolos de pruebas de alto rendimiento del Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST) de Estados Unidos y todos los patrones o materiales de referencia certificados de Agilent son trazables directamente con la serie 3100 del NIST de materiales de referencia para patrones. Los patrones no contienen contaminantes porque se envasan en frascos de polietileno de



[Haga clic para ver el folleto](#)

Figura 5.

alta densidad de alta pureza limpiados previamente y sellados para evitar la posibilidad de contaminación en el envío. La mayoría tienen una vida útil de 18-24 meses, corroborada mediante estudios de estabilidad de corto y largo plazo, e incluyen una exhaustiva confirmación. Los análisis de impurezas se realizan con un ICP-MS Agilent y se comunican los niveles reales de impurezas para hasta 68 impurezas a nivel de trazas.

Están disponibles patrones mono y multielementales, abarcando una gama de diferentes concentraciones adecuada para su uso en absorción atómica, ICP-OES e ICP-MS. También está disponible un exhaustivo rango de patrones organometálicos para laboratorios que, por ejemplo, miden muestras de aceite o biodiésel. Asimismo, está disponible un abanico de patrones de sintonía y calibración para instrumentos tanto de Agilent como de PerkinElmer.

Hay algunos pasos sencillos que puede seguir para mejorar la preparación de patrones y la exactitud. En primer lugar, asegúrese de que los patrones están lejos de su fecha de caducidad y que trabaja con pipetas calibradas y matraces volumétricos de calidad A. Periódicamente, se recomienda verificar la exactitud y reproducibilidad de estas pipetas y asegurarse de realizar una serie de pequeñas diluciones en lugar de una grande, con el fin de conseguir la mejor exactitud global. A continuación, considere la concentración de los patrones. Los patrones de concentración baja tienen una vida útil limitada, por lo que, si trabaja en concentraciones de partes por billón o inferiores, se recomienda preparar nuevos patrones a partir de una solución madre de mayor concentración cada vez que realice un análisis. ¿Cómo se van a almacenar los patrones? Los recipientes de plástico, en particular los de PFA o FEP, proporcionan una estabilidad mucho mejor, pero esto solo se puede aplicar si recordamos estabilizar los patrones durante la preparación añadiendo ácido adicional.

Además de preparar patrones exactos, debemos pensar en planteamientos que reduzcan el potencial de contaminación. La contaminación puede provenir de cualquier cosa que entre en contacto con la muestra, tanto durante su almacenamiento como en la digestión, dilución o análisis. ¿Cuáles son los principales planteamientos? En primer lugar, verifique la pureza de los reactivos; aquí es donde el certificado de análisis puede ser realmente de ayuda. El certificado de análisis para un material de referencia certificado de Agilent destaca todas las potenciales impurezas y las concentraciones reales notificadas para dichas impurezas en particular. Ello le permite ver inmediatamente si el reactivo o patrón en particular es probable que le origine problemas con los análisis. ¿Y qué otras posibles causas de contaminación existen? Está el agua de los reactivos usada en el laboratorio; recuerde que se prefieren los envases de plástico (de FEP o PFA) porque pueden ayudar a reducir la posibilidad de contaminación, en particular la procedente de vidrio de borosilicato. Muchos analistas en el laboratorio trabajan con puntas de pipeta coloreadas, que también pueden introducir niveles significativos de contaminación, en particular para cinc, cadmio, hierro y cobre. En consecuencia, es mejor trabajar con puntas transparentes con el fin de reducir la posibilidad de contaminación.

No se olvide de los tubos para bomba

Otra posible fuente de problemas son los tubos de la bomba peristáltica, críticos para conseguir el mejor rendimiento de nuestros instrumentos. Idealmente, los tubos de residuos deben tener un diámetro interno de mayor tamaño que los de las muestras, para asegurarse de que se consigue una eliminación eficiente del líquido residual desde el sistema de introducción de muestras (Figura 6). Los tubos también deben ser resistentes al disolvente en uso. Los tubos de PVC son adecuados para la mayor parte de las digestiones ácidas, pero cuando se trabaja con un disolvente orgánico es necesario prestar atención a la compatibilidad química, y es posible que deba trabajar con tubos para bomba de Viton o Marprene con el fin de asegurar la resistencia a disolventes. Siempre es recomendable limpiar los tubos nuevos para quitar la contaminación potencial y los tubos deben sustituirse periódicamente. Los tubos de la bomba viejos pueden causar muchos problemas, en particular con la precisión, la estabilidad y la deriva. Como consejo general, si utiliza el instrumento cinco días a la semana, debe sustituir los tubos al menos una vez a la semana. Lo más importante es que, cuando termine con los análisis, retire los tubos de la bomba de sus soportes y libere la barra de presión y la retire de su ubicación alrededor de la bomba. Esto permitirá que los tubos se relajen y se recuperen un poco. Antes de volver a colocarlos en el instrumento, haga rodar los tubos entre los dedos para determinar si hay zonas planas en el tubo. Si tienen un aspecto evidentemente desgastado, o si están estirados (Figura 7), asegúrese de que los sustituya de inmediato.

Tubos de residuos con
pestañas de color azul/
azul, d. i. de 1,65 mm



Tubos de muestras
con pestañas
de color blanco/
blanco, d. i. de 1,03

Figura 6.



Figura 7.

En realidad, si tiene dudas sobre los tubos, sustitúyalos de inmediato. El flujo errático de líquido en el sistema de introducción de muestras puede producirse si no se ha aplicado la presión correcta en los tubos para bomba. Recuerde no apretar en exceso los tubos, siempre que bombeen con suavidad y eficiencia, que es lo único que se requiere. Si se ven burbujas en el flujo de líquido, debe verificar si hay conectores sueltos o fugas en algún lugar en el sistema. Si el flujo de líquido procedente del nebulizador no es homogéneo, es indicativo de que hay una obstrucción en algún lugar de la introducción de muestras. Entonces, hay que verificar si es necesario limpiar estos componentes.

Es importante que, al final del análisis, hay unos pasos sencillos que deben seguirse para aumentar la vida útil de los tubos para bomba y para reducir la posibilidad de que haya obstrucciones del nebulizador o del inyector. Asegúrese de aspirar una solución de lavado adecuada durante unos momentos antes de apagar el plasma. Esto ayudará a evitar que se deposite la muestra en la punta del nebulizador. Posteriormente podremos apagar el plasma, después de asegurarnos de que bombeamos el líquido que haya quedado desde los tubos para bomba y desde el sistema de introducción de muestras. A continuación, podemos sacar los tubos de las barras de presión en el instrumento y quitar los puentes de las ranuras de seguridad, de modo que los tubos ya no estén estirados sobre los rodillos en la bomba y dándoles la oportunidad de que se recuperen. En este momento, debe vaciar el contenedor de recogida de residuos y dejar el instrumento en modo en espera, lo que permite arrancarlo rápidamente.

Verifique la sensibilidad analítica

Veamos ahora la calibración de la longitud de onda. Esto es algo que debe hacerse periódicamente, normalmente una vez al mes.

Se trata de un proceso que permite al instrumento relacionar la posición de las señales de emisión reales con los píxeles reales en el chip del detector. Para ello, recomendamos trabajar con la solución de calibración de la longitud de onda preparada previamente por Agilent, pues así no faltarán componentes y se mejorará la reproducibilidad con la comodidad de una solución premezclada.

Si ve un valor de calibración de la longitud de onda que es normalmente < 100 %, lo primero que hay que considerar es si la muestra ha llegado al plasma. Lo siguiente es verificar que la purga de mejora de la óptica está activada y estable. En muchos casos es lo primero que se olvida: no se ha tenido activada la purga de mejora suficiente tiempo y por ello perdemos algunas de las longitudes de onda en la región UV.

Además de la rutina de calibración de longitudes de onda, hay otros planteamientos que se pueden usar para verificar el estado de su equipo en particular. Con el software actual que está disponible para instrumentos ICP-OES de Agilent, hay un monitor visual que le indica el estado de las funciones actuales del instrumento y que destaca inmediatamente si hay problemas en particular (Figura 8).

Además, el software proporciona la capacidad de realizar pruebas de rendimiento en cualquier momento y esto puede ser un modo útil para verificar que el instrumento funciona correctamente. Puede no elegir analizar una secuencia completa de pruebas, sino solo las que desea. Por ejemplo, si se centra en las pruebas de rendimiento del instrumento, puede ver inmediatamente si hay problemas potenciales con la sensibilidad o la precisión, que podrían destacar un problema potencial con el sistema de introducción de muestras. Así que esta es una forma muy rápida y práctica de verificar el estado del instrumento antes de iniciar un análisis de larga duración.

El monitor visual del instrumento muestra el estado de las principales funciones y destaca problemas o fallos.



Figura 8.

También hay otros sensores en el instrumento que pueden ser de gran valor a la hora de realizar un diagnóstico o una resolución de problemas. Los medidores indican inmediatamente si hay un problema particular; por ejemplo, mirando la retropresión del nebulizador se puede ver inmediatamente si se está produciendo una acumulación en el nebulizador. En cuanto comience a formarse una acumulación u obstrucción, comenzará a ver que sube la retropresión en el nebulizador. Ahora, el instrumento se lo indicará y detendrá el análisis si llega a un valor demasiado alto; sin embargo, incluso antes, puede comprobar periódicamente a través del panel para ver el estado del instrumento en particular. Verá que hay una prueba de nebulizador que le ofrece la capacidad de probar el rendimiento del nebulizador antes de comenzar los análisis.

Otro desafío, en particular para el usuario novel, es conocer qué longitudes de onda usar para el desarrollo de métodos.

De nuevo, hay herramientas de software disponibles en los instrumentos que pueden ayudarle a simplificar el proceso. Una de las más importantes de estas es la herramienta de software Intelliquant para el sistema ICP-OES Agilent 5110. Esta herramienta le permite analizar una muestra y crear un mapa de calor que resalta las concentraciones relativas de todos los elementos encontrados (Figura 9). Desde el punto de vista del desarrollo de métodos, no tiene precio. La herramienta Intelliquant también proporciona una indicación de las concentraciones de estos analitos en particular, que puede ver visualmente a través del espectro mostrado al usuario.

Para ayudarle en la cuantificación cuando utilice esta herramienta, Agilent tiene diversos patrones de calibración que se usan con el procedimiento Intelliquant para proporcionar una exactitud mejorada. Estos patrones están disponibles en un kit, pero también se pueden comprar individualmente. Analizar estos patrones mejorará la cuantificación de la calibración

Test	Result
Subsystem Communications Test	Pass
Air Flow	Pass
Water Flow	Pass
Gas Flow	Pass
RF Generator	Pass
Camera Test	Pass
Optics Test	Pass
Actuator Valve System Test	Skipped
Revolution Test	Pass
Sensitivity Test	Pass
Precision Test	Pass

Report Summary

Instrument Model	Agilent 5110S/110 S/NDV ICP-OES
Instrument ID	08010A/08014A
Instrument Serial Number	AU15200408
Software Version	7.3.0.8755
Firmware Version	3354
Tested By	Ross, Z
Test Completed On	9/27/2016 4:41:32 PM

También se puede verificar el rendimiento y el estado del instrumento realizando pruebas instrumentales automatizadas.

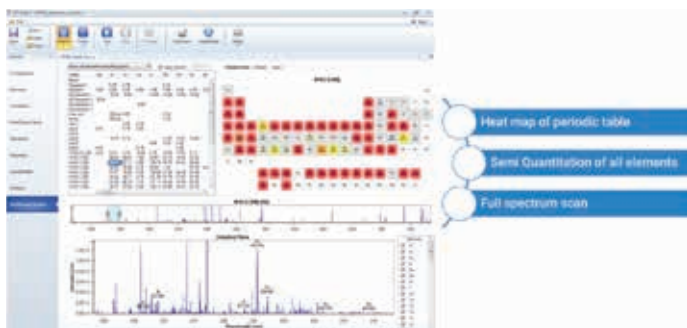


Figura 9.

predeterminada para ofrecer una mejor exactitud al usar el software. Aunque esta capacidad de software no está soportada para instrumentos ICP-OES Agilent serie 700 anteriores, los patrones Intelliquant se pueden usar con las hojas de trabajo semicuantitativas para proporcionar capacidades similares.

Otro problema habitual que observan muchos usuarios es la medida de muestras de baja concentración. ¿Cómo se consigue mejor sensibilidad para estos analitos de baja concentración? Algo muy sencillo que se puede hacer es usar un tiempo de lectura mayor cuando se hacen lecturas de réplica. Pasar de una lectura de 1 segundo a otra de 5 segundos puede proporcionar una determinación más exacta de la señal y, por supuesto, pasar a un tiempo de lectura aún mayor le permitirá obtener una determinación más exacta para la muestra. Esto significa que podrá conseguir una mejora significativa en cuanto a capacidad de límite de detección.

Otro planteamiento es cambiar el tipo de cámara de nebulización que se acopla al instrumento. Ir a un diseño de paso simple, que no tiene deflector interno, mejorará la eficiencia en el transporte de la muestra, con lo que llegará más muestra al plasma y se conseguirá una mejora significativa tanto en la señal como en los límites de detección. Como se muestra para arsénico, selenio y plomo, cambiar a una cámara de nebulización de paso simple puede suponer una mejora de hasta el doble en cuanto a la capacidad del límite de detección (Figura 10).

Para los elementos que forman hidruros, y en particular para elementos tales como arsénico, selenio y mercurio, se puede cambiar a un [sistema de introducción de muestras multimodo \(MSIS\)](#). Esta es la cámara de nebulización que usamos con ICP-OES y plasma de microondas que nos da la capacidad de la determinación simultánea de elementos de rutina al mismo tiempo que medir elementos que forman hidruros; es decir, preparar la digestión de una muestra y medir potencialmente todos los elementos de dicha única digestión (Figura 11). Necesitamos una bomba de cuatro canales que nos permita trabajar con este dispositivo. Alternativamente, podemos usar

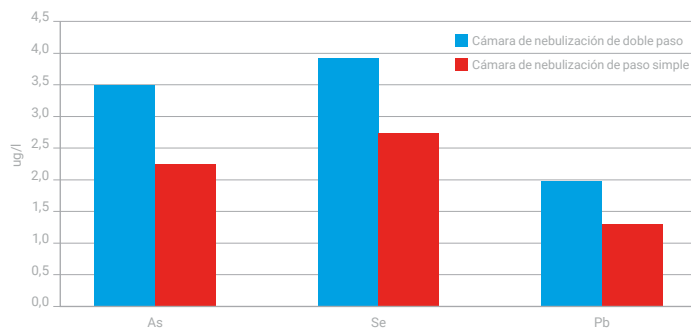


Figura 10. Límites de detección con visión axial de 30 segundos

una bomba peristáltica independiente si no tenemos una bomba de cuatro canales en el instrumento. La muestra se bombea a través del nebulizador del modo convencional y la usamos para realizar determinaciones de los elementos de rutina. Para los elementos que forman hidruros, bombeamos parte de dicha muestra a través del fondo de la cámara de nebulización y bombeamos un reductor adecuado por la parte superior de la cámara de nebulización. La muestra y el reductor se combinan, lo que nos permite formar el hidruro o separar químicamente el analito de la matriz. El vapor de hidruro se barre hacia el plasma junto con el aerosol de la muestra, lo que permite la determinación simultánea.

Entonces, ¿por qué lo hacemos? La ventaja es que mejora la capacidad del límite de detección, en particular en los elementos difíciles para los que tenemos generalmente baja sensibilidad; elementos tales como arsénico, selenio, antimonio o mercurio. Trabajar con un sistema MSIS puede ofrecer una mejora de un orden de magnitud en el límite de detección; es decir, menos de 1 ppb, lo que permite una determinación más exacta de dichos analitos. El rendimiento en el límite de detección de otros elementos prácticamente no se ve afectado, lo que permite un buen rendimiento para todos los elementos de rutina y mejoras significativas para elementos más difíciles.

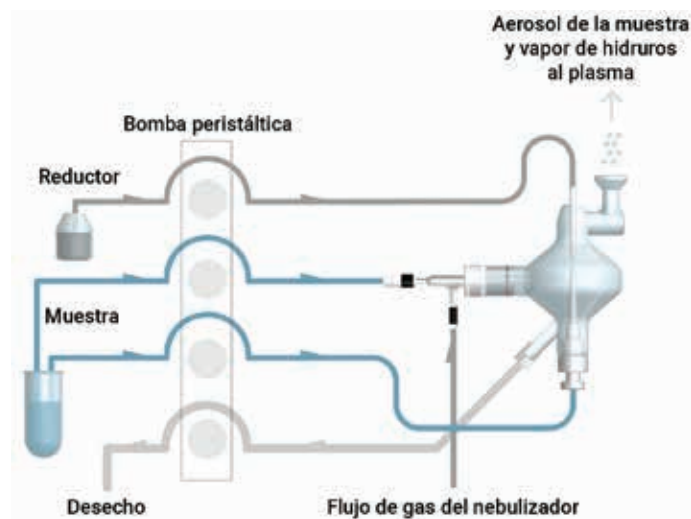


Figura 11. Funcionamiento del MSIS

Tareas de mantenimiento rutinarias

A continuación se indican algunos programas de mantenimiento recomendados con el fin de garantizar que se saca el máximo rendimiento al instrumento ICP-OES:

Diariamente: verifique el sistema de escape y las presiones del gas argón; verifique el sistema de introducción de muestras para ver si hay alguna obstrucción potencial, sea en el inyector, en la antorcha o en el nebulizador. Verifique los tubos de la bomba peristáltica con el fin de ver si hay un estiramiento excesivo o zonas planas y realice una inspección visual de la cámara de nebulización para ver si se acumulan gotas de líquido en la parte interior, para asegurarse de que drene de manera correcta y eficiente.

Semanalmente: limpie los componentes de introducción de la muestra, como el protector en la antorcha o el cono de preóptica en el ICP axial y verifique el nivel de agua en el enfriador que se está usando con el instrumento ICP-OES.

Mensualmente: limpie la cámara de nebulización y el nebulizador y, en el proceso, compruebe todos los demás tubos de transferencia para asegurarse de que se encuentran en buenas condiciones, sustituyendo los componentes que estén desgastados. Inspeccione los filtros de aire en el instrumento y en el enfriador para asegurarse de que están limpios, retirando el polvo en exceso que se haya acumulado con el fin de garantizar una eficiente refrigeración tanto del instrumento como del agua de refrigeración. El filtro de agua del instrumento debe limpiarse periódicamente; es posible que tenga que cambiar los filtros de argón. En muchos casos, estas tareas las habrá realizado el ingeniero de soporte de Agilent como parte del programa de mantenimiento preventivo, por lo que si tiene un contrato de servicios no tendrá que realizar estas tareas posiblemente.

Otros problemas frecuentes

Con frecuencia nos preguntan sobre la ignición del plasma. En general, la causa más frecuente de los problemas con la ignición del plasma es la presencia de una fuga de aire en el sistema de introducción de muestras; deberá comprobar si hay conectores flojos, componentes dañados o conectores que posiblemente no estén apretados correctamente en el instrumento (en particular, para los instrumentos más antiguos). En los instrumentos actuales, como los ICP-OES de la serie 5100, esto ya no es un problema, puesto que las conexiones se realizan de forma automática. Por el mismo motivo, verifique la posición de la antorcha en instrumentos de una generación anterior, para asegurarse de que está en el lugar correcto. Otro problema frecuente es que se ha usado el botón de parada de emergencia en el instrumento, es necesario restablecerlo; de lo contrario, inhibirá la ignición del plasma.

Otra pregunta frecuente va sobre los efectos de memoria que suelen aparecer al medir altas concentraciones (Figura 12). Lo vemos con numerosos elementos frecuentemente analizados, como boro, mercurio, molibdeno, estroncio y cinc, si la primera réplica en una muestra de baja concentración es alta y después las siguientes lecturas son mucho más bajas, lo que provoca problemas de precisión. Para solucionar este problema, asegúrese de usar una solución de lavado acidificada que coincida con la matriz y trabajar

con un tiempo de lavado idóneo. Debe ser de al menos 30 segundos para la mayoría de las aplicaciones. Si tiene otros problemas, puede usar estos otros planteamientos; por ejemplo, puede usar la capacidad de lavado inteligente del software para ayudarle a optimizar y monitorizar el lavado de un analito en particular. Puede usar una válvula de conmutación, que ayudará a mejorar las características del lavado o bien usar un tipo diferente de cámara de nebulización que ofrezca mejores características de lavado.

Si trabaja con un muestreador automático en el instrumento ICP-OES, deberá considerar problemas potenciales que puedan surgir. Por ejemplo, la necesidad de un tubo de transferencia más largo que conecte los dos sistemas puede provocar más problemas, como un tiempo de toma de muestra más prolongado o problemas con efectos de memoria. Idealmente, tendrá que activar la bomba rápida para minimizar el retardo en la toma de muestras. Trabaje con una sonda adecuada; si analiza muestras con altos niveles de sólidos disueltos o muestras más viscosas, deberá usar una sonda de diámetro más ancho en el instrumento para asegurarse de que no se produzca obstrucción en la sonda.

Considere también la posibilidad de que suceda algo a las muestras mientras están en el muestreador automático esperando al análisis. Esto podría ser contaminación procedente del polvo o de la suciedad del laboratorio o bien evaporación de la muestra, que produzca una preconcentración de la muestra. También podría aparecer precipitación de la muestra en el vial mientras espera al análisis. Considere estos problemas y adopte planteamientos adecuados para solucionarlos.

Finalmente, recomendamos que los usuarios tengan componentes de introducción de muestra de repuesto para ayudarles a mantener en funcionamiento el instrumento ICP-OES. Componentes como tubos, antorchas, nebulizadores y cámaras de nebulización de repuesto permitirán mantener al instrumento en funcionamiento en caso de obstrucción o daño de algunos de estos componentes en particular. Si se tiene un repuesto a mano, se podrá sustituir el componente en cuestión y continuar con el análisis mientras se soluciona el problema inicial. Agilent ofrece una amplia gama de kits de consumibles para los instrumentos de ICP-OES; este puede ser un modo práctico de tener disponibles consumibles esenciales como ayuda en la operación rutinaria del instrumento. Estos kits están disponibles para instrumentos ICP-OES serie 5100 (Figura 13) así como para instrumentos de generaciones anteriores tales como los de la serie 700.

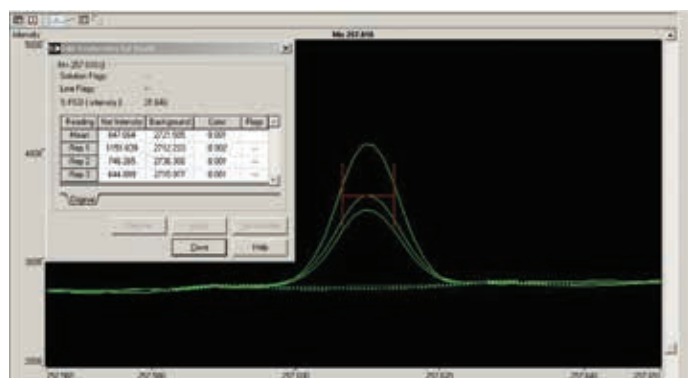


Figura 12.

Componentes del kit de consumibles de funcionamiento
1 antorcha desmontable Easyfit con 2 tubos exteriores de repuesto
4 paquetes de tubos para bomba (para muestras + residuos)
1 paquete de conectores y tubos para bomba estándar int.
Nebulizador SeaSpray (serie U)
1 paquete de conectores de muestra Unifit de 0,75 mm de d. i. para el nebulizador
1 conector de gas Ezylok para el nebulizador
Cámara de nebulización Twister con sello helicoidal
1 paquete de conectores Unifit para drenaje de la cámara de nebulización
Abrazadera para antorcha de repuesto para la junta de rótula de la cámara de nebulización
Ventana de preóptica de repuesto (el kit axial incluye una ventana adicional para la vista radial)
Junta tórica o arandela de repuesto para la ventana de preóptica
Capilar para el inyector de muestras
Tubo de alimentación de gas del nebulizador
Tubos de drenaje para la cámara de nebulización con 2 conectores estriados
Tubos de drenaje para la bandeja para rebosamiento del instrumento
1 paquete de sellos helicoidales para el inyector del nebulizador de la cámara de nebulización

Figura 13.

Recursos

[Página de recursos de ICP-OES](#)

[Vídeos de resolución de problemas](#)

[Foro de soporte por correo electrónico Agilent PlasmaNet ICP-OES](#)

[Guía de referencia rápida de ICP-OES 5100/5110](#)

[Piezas y consumibles para ICP-OES \(tienda on-line\)](#)

[Notas de aplicación para espectroscopia atómica de Agilent](#)

[Catálogo de consumibles para espectroscopia de Agilent](#)

[Patrones inorgánicos y organometálicos de alta calidad de Agilent para espectroscopia atómica](#)

[Catálogo de consumibles Agilent para sistemas ICP-OES e ICP-MS PerkinElmer](#)

[Resumen técnico del MSIS Agilent](#)

[Seminarios web de Agilent grabados para espectroscopia atómica](#)

Resumen

Los instrumentos ICP-OES de Agilent son tan solo unos de los sistemas de espectroscopia atómica de Agilent disponibles. Agilent puede proporcionarle un instrumento para cualquier tipo de aplicación, sea de absorción atómica tradicional, ICP-OES, ICP-MS (incluido el relativamente nuevo ICP-MS de triple cuadrupolo) o sistemas de plasma de microondas.

En esta presentación, hemos tratado de describir los problemas en particular que puede encontrarse en el laboratorio. Hemos resaltado de qué forma la mayoría de las causas potenciales de fallos o de tiempos de inactividad no planificados en el laboratorio pueden deberse a problemas en el sistema de introducción de muestras. De este modo, al centrar el mantenimiento en la zona de introducción de muestras, puede reducir el riesgo de sufrir un tiempo de inactividad no planificado. También hemos incluido directrices y procedimientos de mantenimiento que puede usar para configurar procedimientos operativos estandarizados en el laboratorio, lo que ayudará a evitar que vuelvan a aparecer estos tipos de problemas.

Información sobre el autor

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

Eric se licenció en Química en 1985 en la Monash University de Melbourne (Australia). Comenzó a trabajar en Varian en el año 1988 y desempeñó diferentes funciones, entre otras, jefe de productos de absorción atómica, especialista en aplicaciones/ventas de campo para Europa y jefe de productos ICP-OES y 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 en las técnicas de espectroscopia atómica y trabaja en el Spectroscopy Technology Innovation Centre de Melbourne, Australia.



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
5994-0859ES

