

MEDIDA EN EL ICP-MS

SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO

ÍNDICE:

1. OBJETO
2. ALCANCE
3. RESPONSABLES
4. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO
5. DIAGRAMA DE FLUJO
6. DOCUMENTOS RELACIONADOS
7. ANEXOS

Elaborado por: Ana Guitart de Juan Responsable técnico del Servicio de análisis químico	Revisado por: Josefina Pérez Arantegui Directora división caracterización física y química	Aprobado por: Javier Sesé Monclús Director SAI
Fecha:	Fecha:	Fecha:

 <p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> MEDIDA EN EL ICP-MS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT04/PSAQ Página 2 de 4</p>
--	---	---

1. OBJETO

Esta instrucción tiene por objeto describir las pautas para realizar medidas en el Espectrómetro de Masas con fuente de ionización plasma ICP, modelo Perkin Elmer Elan DRC-e (en adelante ICP-MS).

2. ALCANCE

Esta instrucción se aplica a todo el personal del Servicio de análisis químico.

3. RESPONSABLES

Responsable técnico y técnico especialista del Servicio de análisis químico.

4. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

4.1. Antes de la sesión de trabajo

- 4.1.1. Preparar por pesada los distintos patrones de la recta de calibrado del elemento/s que se va/n a analizar.
- 4.1.2. Preparar un spike o una adición a cada tipo de muestra de los elementos a analizar (spike de medida), para poder calcular la recuperación de la medida de cada analito y asegurarnos que el equipo está midiendo en condiciones correctas. % Recuperación de la medida = $\frac{((\text{Muestra} + \text{spike}) - \text{Muestra})}{\text{spike}} * 100$.
- 4.1.3. Comprobar el nivel y la presión de argón (Ar) de las botellas situadas en la galería exterior.
- 4.1.4. Encender el climatizador. La habitación debe de estar termostatizada a 20°C.
- 4.1.5. Encender la refrigeradora.
- 4.1.6. Ajustar los tubos de la bomba peristáltica y encender el muestreador.
- 4.1.7. Encender el ordenador y la impresora.
- 4.1.8. Abrir el Software del equipo **ELAN**.
- 4.1.9. Comprobar el estado de la antorcha, la bobina, el aceite de las bombas y los conos antes de encender el equipo.
- 4.1.10. Encender el plasma.
- 4.1.11. Comprobar que entra bien la disolución y el correcto funcionamiento del drenaje.
- 4.1.12. Dejar estabilizar el equipo durante 20-30 minutos, pasando HNO₃ de alta pureza al 1% (v/v).

 <p>1542</p>	<p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> MEDIDA EN EL ICP-MS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT04/PSAQ Página 3 de 4</p>
---	--	---	---

4.1.13. Hacer una optimización inicial del equipo, antes de comenzar la sesión de trabajo: flujo del nebulizador, óxidos, voltaje de las lentes, “Auto Lens”, y “Daily”. Para llevar a cabo dicho ajuste se utilizan la DISOLUCIÓN 1 (Be, Co, In y U de 10 µg/L) y la DISOLUCIÓN 2 (In, U, Mg, Ba y Ce de 10 µg/L).

4.1.14. Archivar el ajuste para tener controlados los parámetros de trabajo del ICP-MS.

4.1.15. Comenzar la sesión de trabajo.

4.2. Sesión de trabajo

4.2.1. Colocar los patrones y las muestras en el muestreador.

4.2.2. Introducir en continuo el /los patrón/es interno/s seleccionado/s, de concentración 50 µg/L, por la vía de la bomba peristáltica destinada a tal fin. Como patrón interno se seleccionará un elemento de masa atómica y potencial de ionización cercano al analito.

4.2.3. Elaborar el programa de trabajo utilizando para ello el Software de trabajo del ELAN.

4.2.4. Hacer 10 lecturas del blanco, para poder calcular la MCD instrumental de cada elemento en cada determinación.

4.2.5. Si se ha llevado a cabo un ataque previo de las muestras, hacer 10 lecturas del blanco de ataque para poder calcular la MCD del método.

4.2.6. Medir los patrones, las muestras y las muestras certificadas.

4.2.7. Comprobar en cada medida la intensidad que da el patrón interno y que el valor de la desviación estándar relativa, %RSD, de las 3 lecturas de cada medida sea <10. En caso de obtenerse valores de %RSD >10, se repite la medida hasta obtener un valor <10.

4.2.8. Medir uno de los patrones de calibración cada 5 muestras como control de calidad, para comprobar que la calibración sigue siendo válida. En caso contrario, volver a calibrar.

4.2.9. Lavar el sistema con HNO₃ de alta pureza 1% (v/v), una vez finalizado el análisis.

4.2.10. Cerrar el programa y la sesión de trabajo.

4.3. Para finalizar la sesión de trabajo

4.3.1. Realizar un “Daily”, para ver en qué situación ha quedado el plasma después de la sesión de trabajo.

4.3.2. Apagar el plasma.

4.3.3. Liberar los tubos de la bomba peristáltica.

 <p>1542</p>	<p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> MEDIDA EN EL ICP-MS. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT04/PSAQ Página 4 de 4</p>
---	--	---	---

- 4.3.4. Apagar el muestreador.
- 4.3.5. Apagar el termostatizador de la habitación.
- 4.3.6. Apagar el ordenador y la impresora.

4.4. Tratamiento de los datos

- 4.4.1. Seleccionar los patrones utilizados y revisar las rectas de calibrado obtenidas para cada isótopo considerado de los elementos a analizar. Las rectas de calibrado deben tener un coeficiente de correlación de al menos tres nueves. En caso contrario, repetir la calibración.
- 4.4.2. Calcular las MCD (Mínima Concentración Determinable) instrumental y del método para de cada isótopo de los elementos a analizar.
- 4.4.3. Seleccionar el patrón interno.
- 4.4.4. Reprocesar las muestras certificadas.
- 4.4.5. Calcular la recuperación de la medida. En caso de que dicho valor no sea >95%, se repite la calibración.
- 4.4.6. Calcular la recuperación del ataque, en caso de haberse llevado a cabo una digestión previa de la muestra. Si dicho valor no fuese >90%, se repite el ataque y la medida de las muestras.
- 4.4.7. Reprocesar todas las muestras en las rectas obtenidas para cada isótopo seleccionado de los elementos a analizar.
- 4.4.8. Elaborar la tabla de resultados en una hoja Excel teniendo en cuenta todos los isótopos de cada elemento, seleccionando finalmente el que da mejores resultados para la muestra certificada, para la recuperación de la medida y los valores más bajos de MCD. Hay que tener en cuenta las diluciones llevadas a cabo, los pesos y volúmenes de muestra y las unidades en las que es necesario entregar los resultados.

5. DIAGRAMA DE FLUJO

No necesario.

6. DOCUMENTOS RELACIONADOS

- Procedimiento del Servicio de Análisis químico PSAQ: "Análisis y caracterización de muestras y emisión de resultados. Servicio de Análisis químico".
- Instrucción IT01/PSAQ: "Pesada de una muestra. Servicio de análisis químico".
- Instrucción IT02/PSAQ: "Utilización del horno de microondas. Servicio de análisis químico".