


MEDIDA EN EL ICP-OES

SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO

ÍNDICE:

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

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

 <p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><u>INSTRUCCIÓN</u> MEDIDA EN EL ICP-OES. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT03/PSAQ Página 2 de 4</p>
--	--	---

1. OBJETO

Esta instrucción tiene por objeto describir las pautas para realizar medidas en el Espectrómetro de Emisión Atómica mediante plasma ICP, modelo ThermoElemental IRIS Intrepid (en adelante ICP-OES).

2. ALCANCE

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

3. RESPONSABLES

Responsable técnico y técnicos especialistas 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 de que el equipo está midiendo en condiciones correctas.
% Recuperación de la medida = $\frac{((\text{Muestra} + \text{spike}) - \text{Muestra})}{\text{spike}} \cdot 100$.
- 4.1.3. Comprobar el nivel de argón (Ar) de las botellas a presión situadas en la galería exterior.
- 4.1.4. Subir el rotámetro de purga del tanque, quitando la carcasa metálica frontal del equipo y ajustándolo a 4L/min. Comprobar que el manorreductor de Ar de purga está en 5 bares.
- 4.1.5. Subir el manorreductor de Ar a 5 bares.
- 4.1.6. Encender la campana extractora.
- 4.1.7. Ajustar los tubos de la bomba peristáltica.
- 4.1.8. Encender el ordenador y la impresora.
- 4.1.9. Encender el inyector automático.
- 4.1.10. Abrir el programa **TEVA** (Software del equipo).
- 4.1.11. Pulsar en el icono de la antorcha. Cuando todos los círculos del cuadro "Interlok" están en verde, encender el plasma: **IGNITE**.
- 4.1.12. Dejar estabilizar el equipo durante 20-30 minutos, pasando agua Milli- Q.

 <p>1542</p>	<p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><u>INSTRUCCIÓN</u> MEDIDA EN EL ICP-OES. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT03/PSAQ Página 3 de 4</p>
---	--	--	---


- 4.1.13. Comprobar visualmente el estado de la cámara de nebulización (en caso de que se observe agua en su interior, se procederá a su drenaje) y del nivel de agua en el humidificador, que debe estar entre las señales de máximo y mínimo.
- 4.1.14. Abrir o crear el método de medida.
- 4.1.15. Abrir el método **MnCoC Test+PI.Y** y medir las emisiones con disolución de cobalto (Co) y manganeso (Mn) de 10 mg/L.
- 4.1.16. Comenzar la sesión de trabajo.

4.2. Sesión de trabajo

- 4.2.1. Colocar las disoluciones de los patrones y las muestras en el muestreador.
- 4.2.2. Introducir en continuo el patrón interno Y de concentración 20 mg/l, por la vía de la bomba peristáltica destinada a tal fin.
- 4.2.3. Mirar los picos de emisión de los elementos a analizar con uno de los patrones de la recta de calibrado. Si están desplazados, ajustarlos o volver a hacer el fullframe.
- 4.2.4. Hacer 10 lecturas del blanco, para poder calcular la MCD instrumental de cada elemento en cada determinación.
- 4.2.5. Medir la señal en los patrones, las muestras y las muestras certificadas.
- 4.2.6. 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. Medir la señal en uno de los patrones de calibración cada 5 muestras como control de repetitividad, para comprobar que la calibración sigue siendo válida. En caso contrario, volver a calibrar.
- 4.2.7. Lavar el sistema con agua Milli-Q una vez finalizado el análisis.
- 4.2.8. Cerrar el programa y la sesión de trabajo.

4.3. Para finalizar la sesión de trabajo

- 4.3.1. Apagar el plasma desde el icono de la antorcha: **SHUTDOWN**.
- 4.3.2. Liberar los tubos de la bomba peristáltica.
- 4.3.3. Bajar a 0,5 L/min el flujo del rotámetro de purga del tanque.
- 4.3.4. Cerrar el Ar.
- 4.3.5. Apagar la campana extractora.
- 4.3.6. Apagar ordenador e impresora.

 <p>Servicio General de Apoyo a la Investigación - SAI Universidad Zaragoza</p>	<p><i>INSTRUCCIÓN</i> MEDIDA EN EL ICP-OES. SERVICIO DE ANÁLISIS QUÍMICO</p>	<p>Versión: 1 Fecha: 15/06/2020 Código: IT03/PSAQ Página 4 de 4</p>
--	--	---

4.4. Tratamiento de los datos

- 4.4.1. Seleccionar los patrones utilizados y revisar las rectas de calibrado obtenidas para cada elemento a las diferentes longitudes de onda. Las rectas de calibrado deben tener un coeficiente de correlación de al menos tres nueves. En caso contrario, repetir la calibración.
- 4.4.2. Reprocesar las muestras certificadas.
- 4.4.3. Comprobar las posibles interferencias a las longitudes de onda seleccionadas. En el caso de que una de las longitudes de onda del analito presente una interferencia espectral de otro analito, se seleccionará una longitud de onda libre de dichas interferencias.
- 4.4.4. Calcular las MCD (Mínima Concentración Determinable) de cada elemento a cada longitud de onda.
- 4.4.5. Seleccionar la longitud de onda más apropiada para cada elemento, en función de que no existan interferencias espectrales, de los mejores resultados para las muestras certificadas y los valores más bajos de MCD.
- 4.4.6. Calcular la recuperación de la medida de cada elemento a las distintas longitudes de onda. En caso de que dicho valor no sea >95%, se repite la calibración.
- 4.4.7. 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.
- 4.4.8. Reprocesar todas las muestras en las rectas obtenidas.
- 4.4.9. Elaborar la tabla de resultados en una hoja Excel teniendo 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”.