

Fundamentos de Espectroscopia Atómica: Hardware

CONSTRUIMOS

UNA CIENCIA MEJOR

ENTRE AGILENT Y USTED



Agilent Technologies es una empresa comprometida con la comunidad educativa y no duda en ofrecer acceso a materiales de su propiedad.

Esta presentación ha sido creada por Agilent Technologies con fines exclusivamente educativos. Si desea utilizar las imágenes, los esquemas o los dibujos para otros fines distintos, póngase en contacto previamente con Agilent Technologies.

Índice

Introducción

- [Clasificación](#)
- [General](#)
- [Cronograma de los desarrollos iniciales](#)
- [Qué se mide?](#)

Técnicas de espectroscopia atómica

- Espectroscopia de absorción atómica
 - [Principios de funcionamiento](#)
 - [Configuración general](#)
 - [Lámpara](#)
 - [Atomizador](#)
 - [Sistema](#)
 - [Ejemplos](#)

Técnicas de espectroscopia atómica

- Espectroscopia de emisión atómica
 - [General](#)
 - [MP-AES](#)
 - [ICP-OES](#)
 - [ICP-MS](#)
 - [Configuración general](#)
 - [Sistema](#)
 - [Ejemplos](#)
- [Resumen](#)
- [Más información](#)



Introducción

Clasificación

La espectroscopia es un campo amplio con muchas subdisciplinas, que pueden clasificarse según el tipo de material que se analice. Esta presentación se centrará en la primera categoría, la **espectroscopia atómica**.

ÁTOMOS

Espectroscopia atómica

- AAS
- MP-AES
- ICP-OES
- ICP-MS

MOLÉCULAS

Espectroscopia molecular

- UV-VIS
- UV-VIS-NIR
- FTIR
- Fluorescencia

CRISTALES

- Cristalografía por rayos X

NÚCLEOS

- Resonancia magnética nuclear

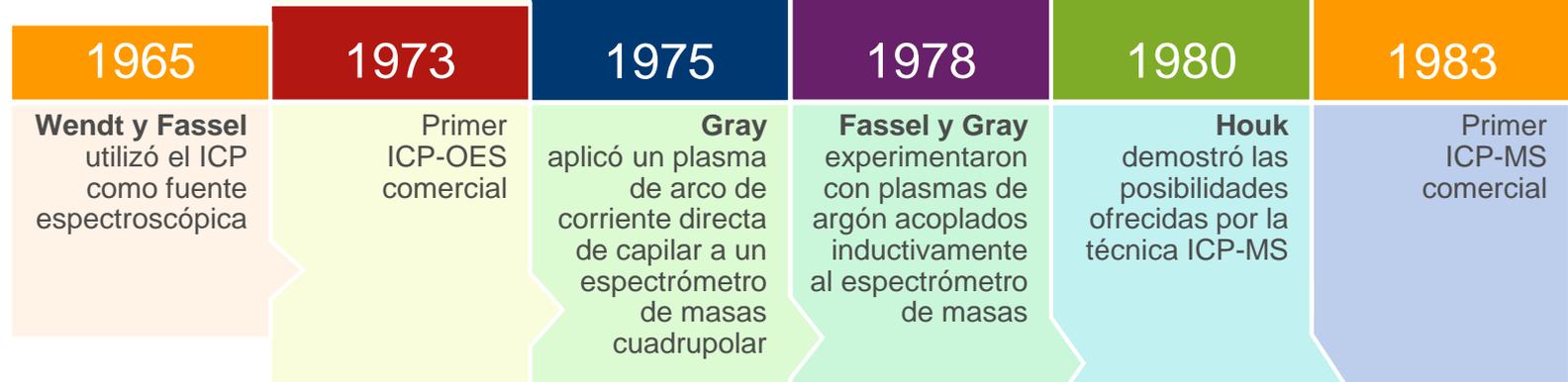
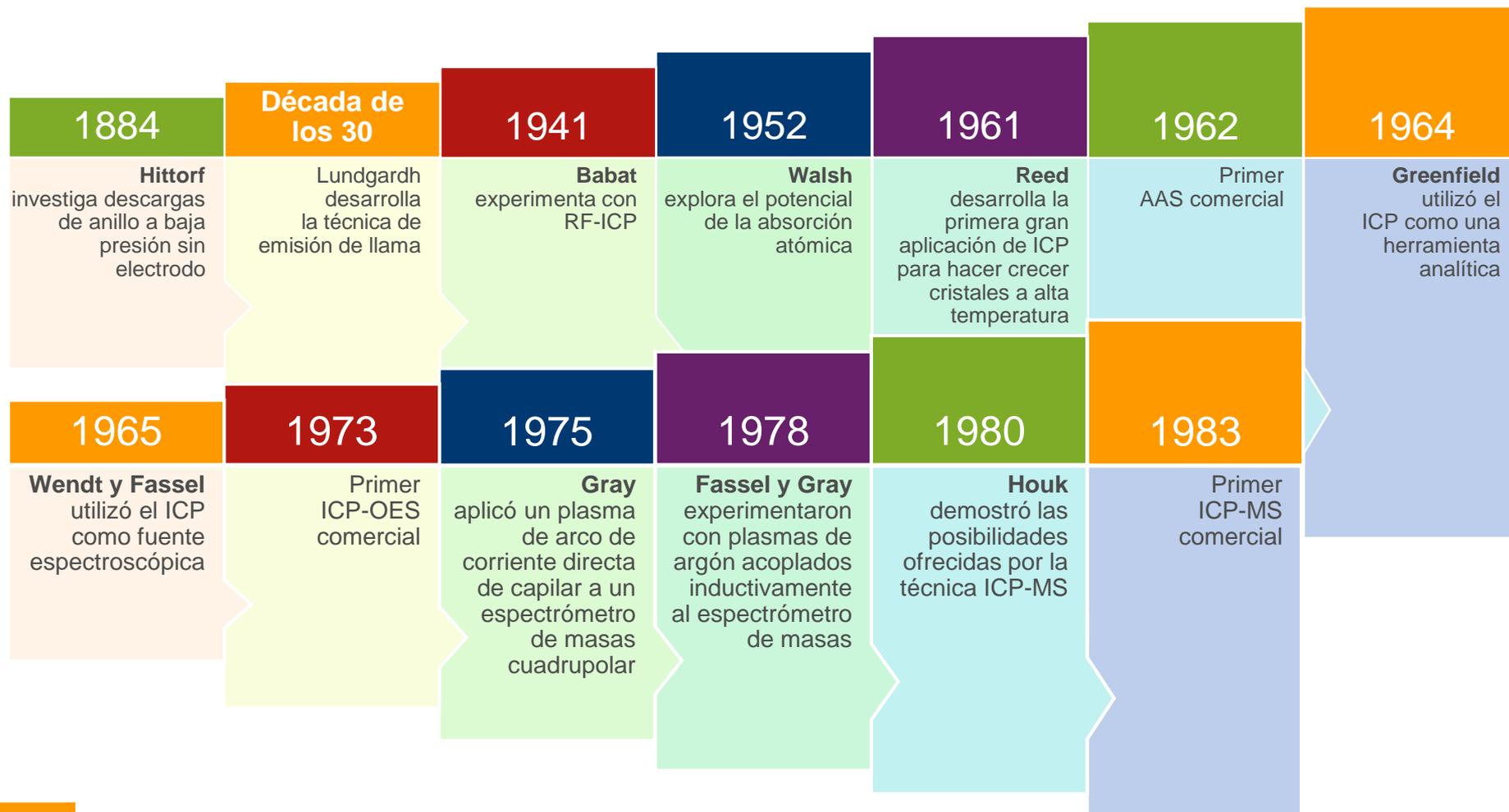
Introducción General

La espectroscopia atómica incluye un número de técnicas analíticas utilizadas para determinar la **composición elemental** de una muestra examinando su espectro electromagnético o su espectro de masas.

Espectroscopia atómica	
Identificación basada en	
Espectro electromagnético	Espectro de masas
Absorción atómica <ul style="list-style-type: none">• AAS de llama• AAS de cámara de grafito• Generación de vapor (hidruro) AAS	
Emisión atómica <ul style="list-style-type: none">• MP-AES• ICP-OES• Fluorescencia por rayos X (XRF)	• ICP-MS
Interferencia atómica <ul style="list-style-type: none">• Difracción de rayos X (XRD)	

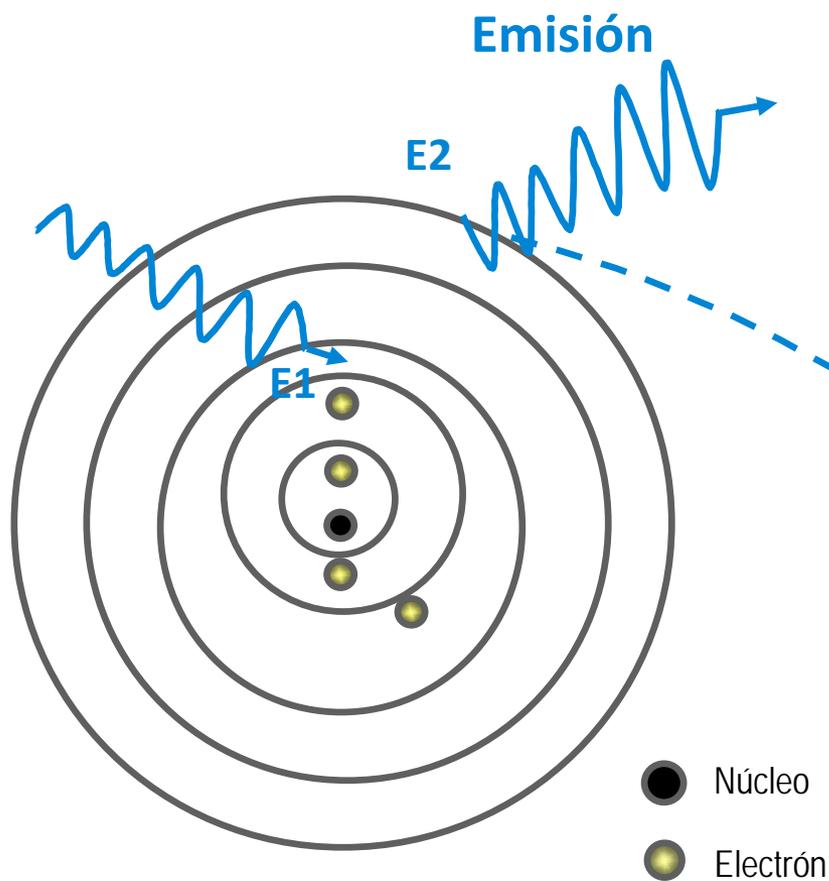
Introducción

Cronograma de los desarrollos iniciales



Introducción

Qué se mide?



1. La absorción de energía hace que un electrón suba a un nivel de energía superior (E2)
→ **AA**
2. El electrón excitado finalmente volverá a caer al estado base y emitirá luz con una longitud de onda particular (emisión)
→ **MP-AES, ICP-OES**
3. Si hay energía suficiente, el electrón dejará completamente el átomo y dejará atrás un ion cargado positivamente (ionización)
→ **ICP-MS**

Consulte las notas para obtener más información

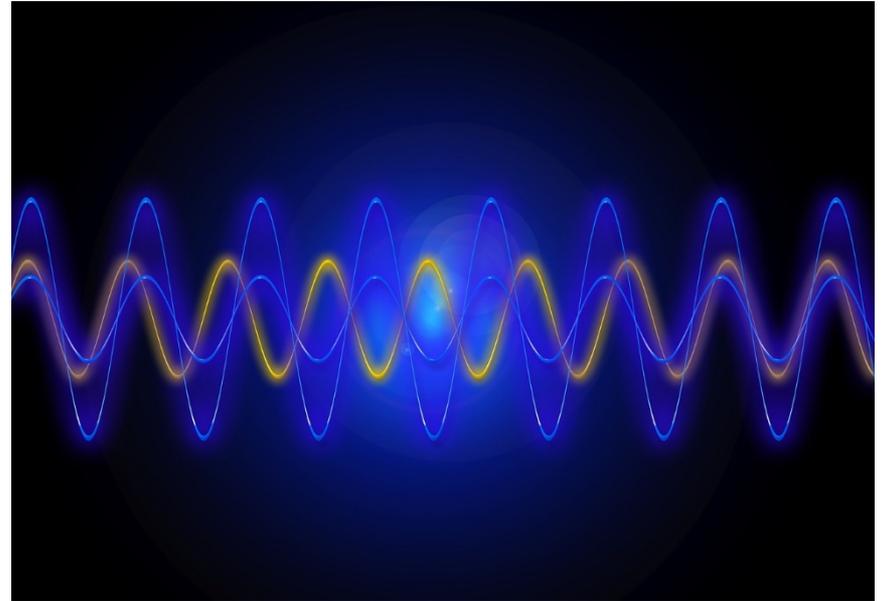
Espectroscopia de absorción atómica

Principios de funcionamiento

Las técnicas de **espectroscopia de absorción atómica (AAS)** se basan en el hecho de que un elemento atomizado absorberá la luz de una longitud de onda característica, elevándola de un estado base a un estado excitado.

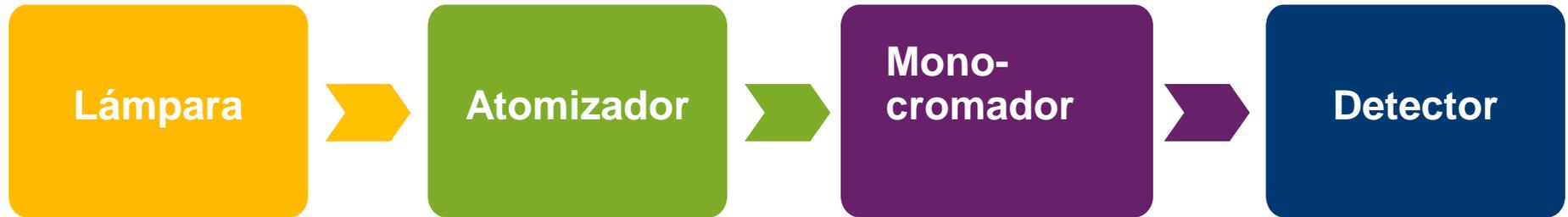
La cantidad de energía lumínica absorbida es proporcional al número de átomos del analito en el paso de luz.

La técnica se calibra introduciendo concentraciones conocidas de los átomos del analito en el paso de luz y representando la absorción frente a la curva de concentración.



Espectroscopia de absorción atómica

Configuración general



- La lámpara emite luz para el elemento de interés
- El atomizador convierte la muestra líquida en átomos libres que absorben energía de la lámpara
- El monocromador selecciona la longitud de onda utilizada para la medida
- El detector mide la luz absorbida por los átomos libres

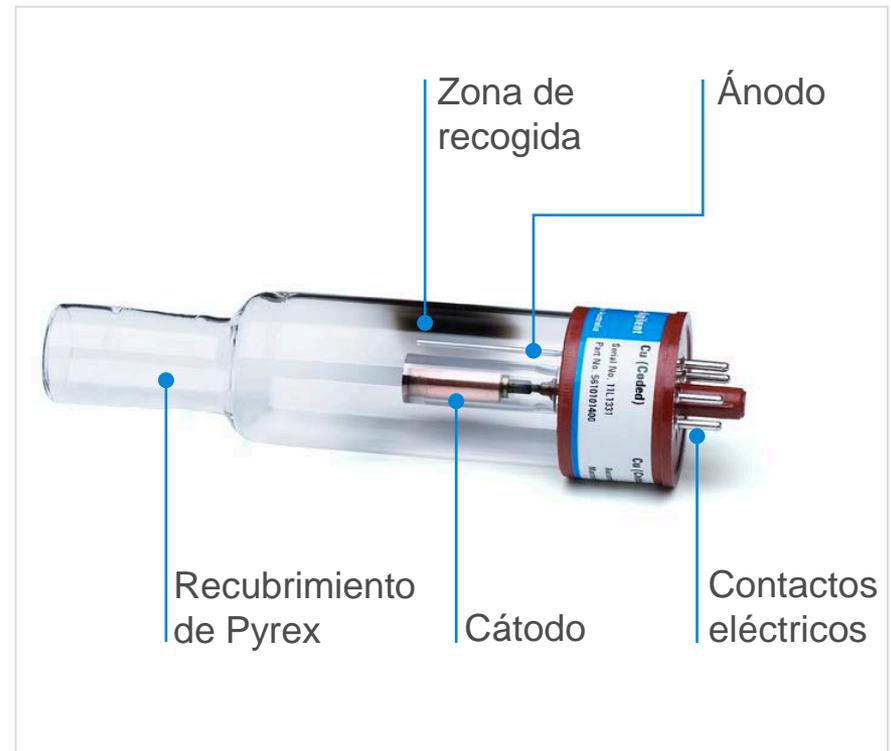
Espectroscopia de absorción atómica

Lámpara

La fuente de luz utilizada principalmente con la técnica de absorción atómica es una lámpara de cátodo hueco (HCL, por sus siglas en inglés).

Generalmente, cada lámpara está dedicada al análisis de un único elemento, aunque en algunos casos se pueden combinar varios elementos en una sola lámpara.

Debido a esta limitación, la absorción atómica se utiliza normalmente para el análisis de un único elemento o un número reducido de elementos.



Construcción de lámpara de cátodo hueco típica

Consulte las notas para obtener más información

Espectroscopia de absorción atómica

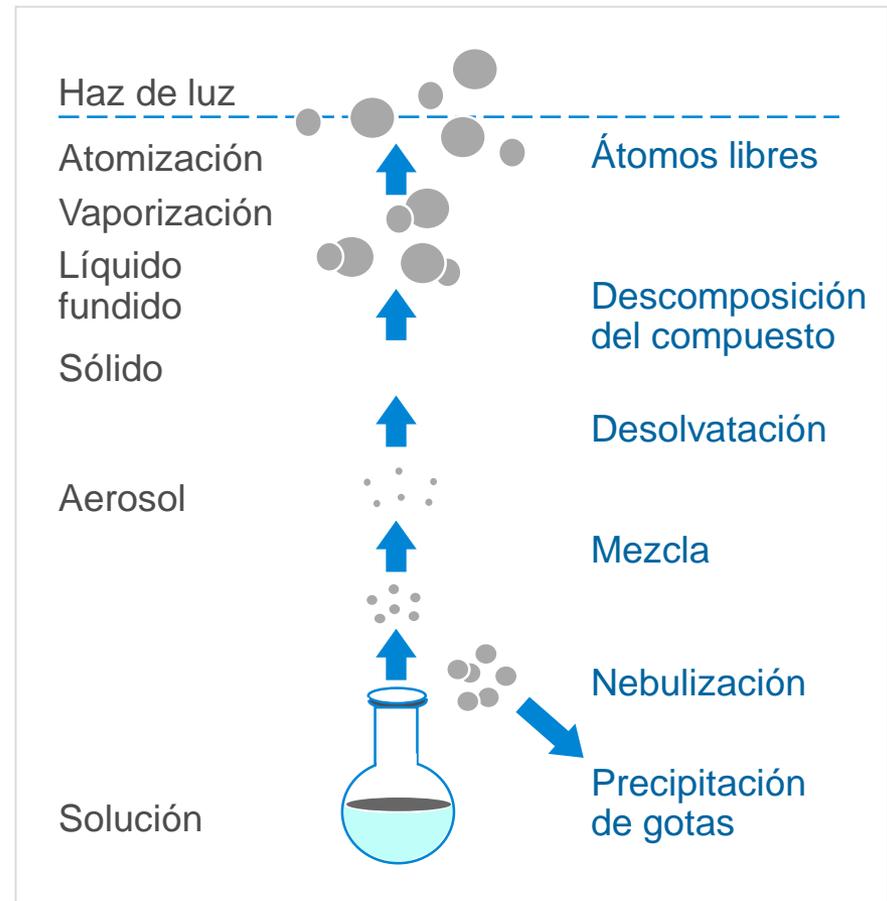
Atomizador

La atomización es el proceso que convierte una muestra líquida en átomos libres.

El diagrama muestra los diferentes pasos que tienen lugar durante la atomización, que comienzan con la preparación del elemento como una solución.

El elemento M pasa por etapas diferentes:

- Solución: $MA_{líquido}$ (compuesto)
- Nebulización: $MA_{líquido}$ (compuesto)
- Desolvatación: $MA_{sólido}$ (A = anión de solución)
- Vaporización: MA_{gas}
- Atomización: M^0
- Excitación: M^*
- Ionización: M^+



Espectroscopia de absorción atómica

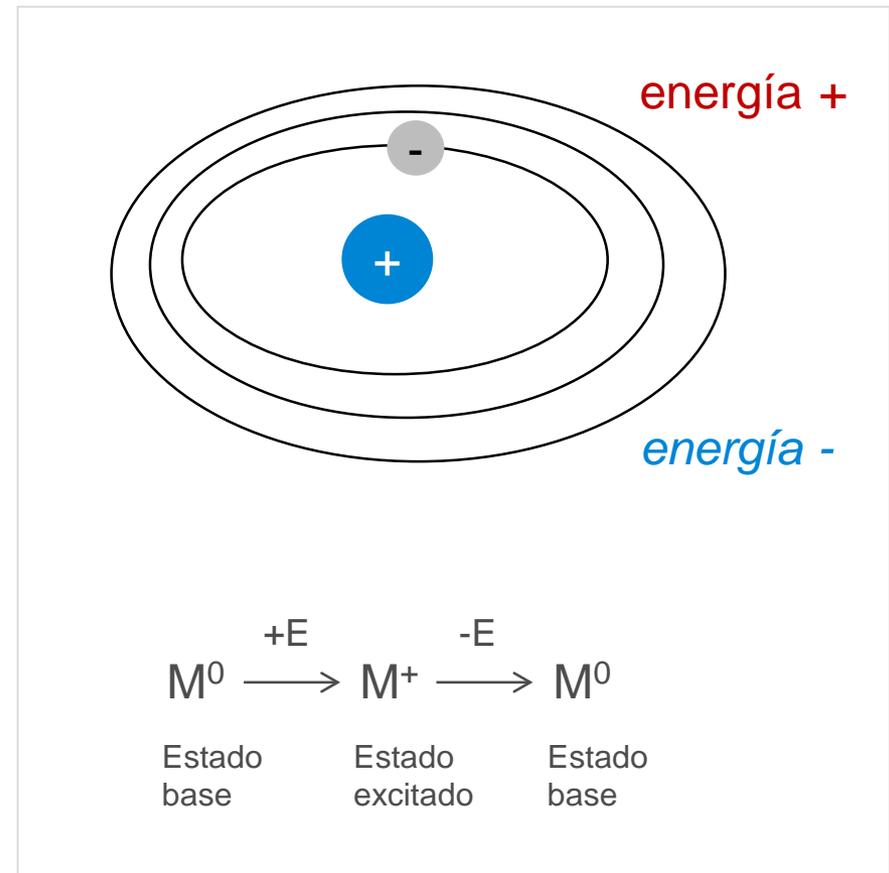
Atomizador

Los átomos pueden absorber cantidades discretas de energía:

- Calor
- Luz a longitudes de onda discretas

Un electrón puede cambiar de nivel de energía

- Un átomo puede recoger (absorber) o liberar (emitir) energía.
- El átomo se “excita”
- La excitación se explica mediante la transición de un electrón desde una órbita interior (energía inferior) hasta una órbita exterior (energía superior).



Espectroscopia de absorción atómica

Atomizador de AAS de llama

En **AAS de llama (FAAS)**, la muestra se prepara como un líquido y se nebuliza en la llama.

La característica fundamental de esta técnica es la atomización que sucede en la llama.

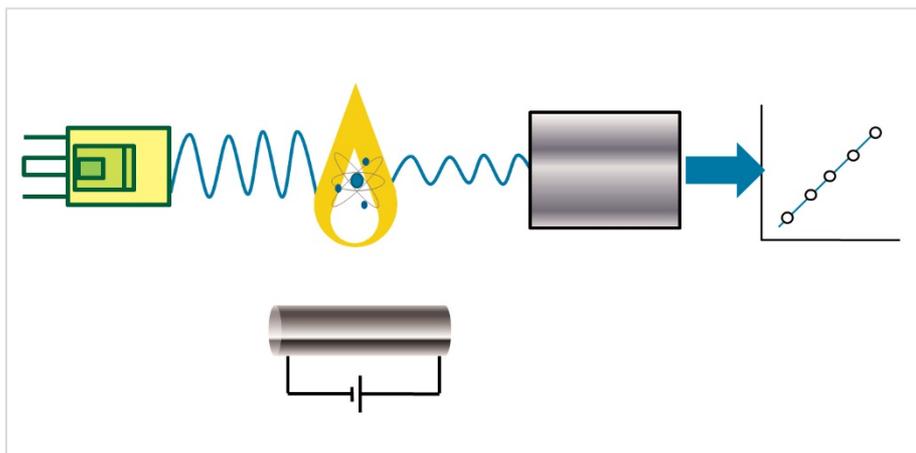


Diagrama esquemático de un sistema de espectrómetro de absorción atómica de cámara de grafito o llama

AAS de llama

Ventajas

- Posible reducción del tiempo de análisis
- Buena precisión
- Facilidad de uso
- Bajo coste

Limitaciones

- Sensibilidad
- Rango dinámico
- Requiere gases inflamables
- La operación sin supervisión no es posible debido a los gases inflamables
- No debe contener cantidades excesivas de sólidos disueltos

Fuente: [Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory](#)

Espectroscopia de absorción atómica

Atomizador de AAS de cámara de grafito

Se necesita disolver la muestra en forma líquida en la mayoría de los casos.

La muestra se inyecta en un tubo de grafito y se calienta electrotérmicamente en diferentes etapas para atomizar el analito.

En la absorción atómica de cámara de grafito (GFAAS) la atomización se produce en tres etapas:

- Secado
- Calcinización
- Atomización

El funcionamiento de la cámara de grafito es una técnica complementaria a un AA de llama convencional y aporta algunas ventajas al análisis.

Cámara de grafito

Ventajas

- Alta sensibilidad debido a lo siguiente:
 - toda la muestra se atomiza a la vez, ya que
 - los átomos libres permanecen en el paso de luz durante más tiempo
- Volumen de muestra reducido
- Posible análisis de ultratrazas
- Puede funcionar sin supervisión, incluso durante 24 h

Limitaciones

- Muy lento
- Se pueden analizar menos elementos
- Menor precisión
- Más interferencias químicas (en comparación con AA de llama)
- El desarrollo de métodos requiere experiencia
- Se necesitan más a menudo añadir y calibrar con patrones (en comparación con AA de llama)
- Consumibles caros (tubos de grafito)

Espectroscopia de absorción atómica

Atomizador de AAS de cámara de grafito

El tubo de grafito se acopla en este aparato que suministra un gas inerte y potente para calentar el tubo que posteriormente desolvata y atomiza la muestra.



Espectroscopia de absorción atómica

Cobertura elemental en AAS

H																			He
Li	Be											B	C	N	O	F		Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl		Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br		Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I		Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At		Rn	
Fr	Ra	Ac																	
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Mn	No	Lr			

Espectroscopia de absorción atómica

Otros atomizadores

Técnica de generación de hidruros

Adecuada para elementos que formen hidruros volátiles (As, Sn, Bi, Sb, Te, Ge y Se) cuando reaccionan ante un agente reductor, como el borohidruro sódico.

Ventajas

- Separación de elementos específicos como hidruros que pueden eliminar la interferencia de la matriz
- Buena sensibilidad debido al 100% de eficacia de muestreo
- Buena precisión
- Más rápido que AA de cámara de grafito

Limitaciones

- Limitado a elementos específicos
- Algunas interferencias químicas
- Requiere una preparación de muestra específica (el analito debe convertirse a un estado de oxidación específico)

Técnica de vapor frío

Se utiliza específicamente para el mercurio (tiene una presión de vapor lo suficientemente grande a temperatura ambiente) que puede reducirse a un estado atómico mediante un fuerte agente reductor, como el borohidruro sódico, cloruro de estaño (II).

Ventajas

- Elimina muchas interferencias de la matriz
- Buena sensibilidad debido al 100% de eficacia de muestreo
- Buena precisión
- Más rápido que AA de cámara de grafito

Limitaciones

- Limitado solo al mercurio
- El mercurio debe estabilizarse en la solución

Espectroscopia de absorción atómica

Sistema

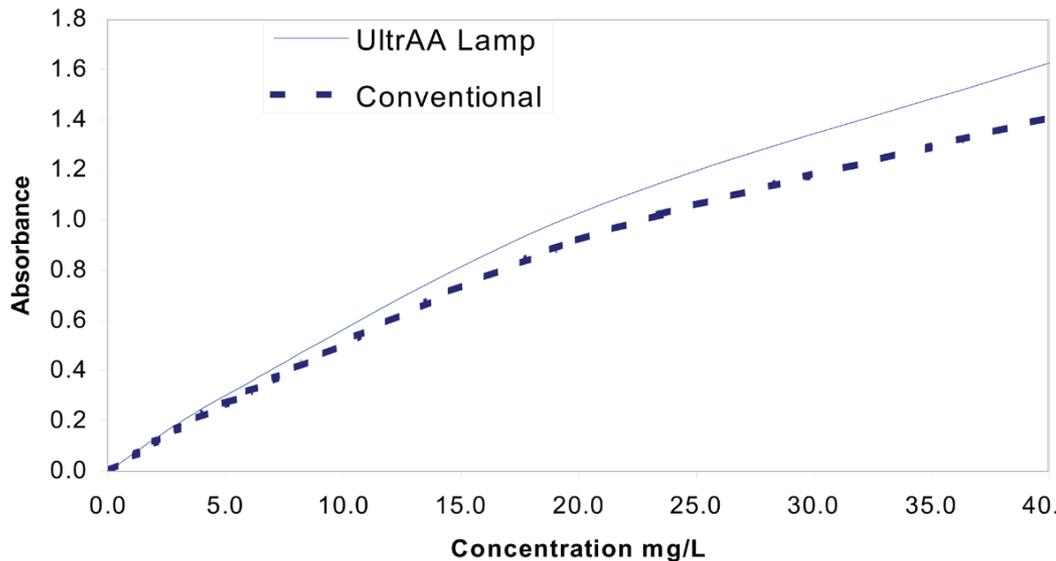


Aplicaciones clave

- Determinación de trazas de metales/impurezas en el aceite, plantas, agua
- Análisis de elementos en fluidos, agua, suelo, alimentos, suero, material semiconductor
- y mucho más

Ejemplo

AAS de llama: Determinación de niveles bajos de oro en menas minerales



Longitud de onda utilizada (nm)	Concentración característica (mg/L)	Límite de detección (mg/L)
242,8	0,079	0,0054
267,6	0,14	0,0098

Resultados del ASS de llama para Au en mena mineral

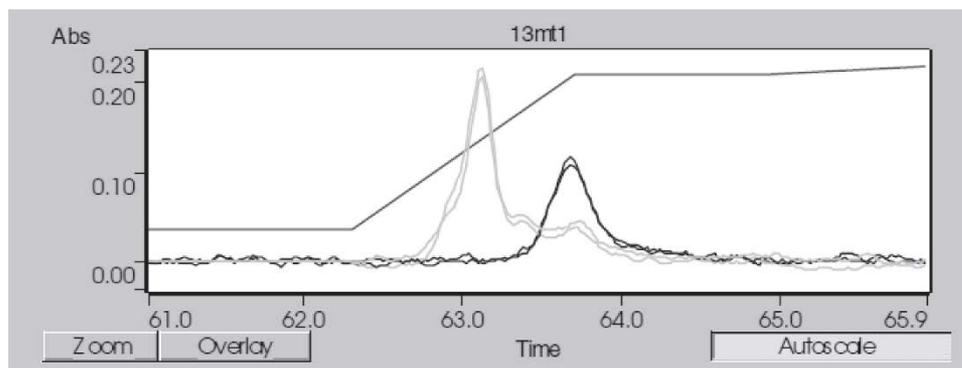
Fuente: [Extending the Analytical Range for Gold Using Agilent UltrAA Lamps](#)



Ejemplo

GF AAS: Medida de Cd, Cu, Pb, Co, Ni en invertebrados marinos

Element	Measured limits of detection (mg/kg) (dry weight)	Tort-2; lobster hepatopancreas National Research Council Canada				CRM No 278R Mussel tissue: <i>Mytilus edulis</i> ; Community Bureau of Reference			
		Measured	n	Certified value	% Recovery	Measured	n	Certified value	% Recovery
Cd	0.10	25.7 ± 0.92	45	26.7 ± 0.6	96	0.31 ± 0.01	54	0.348 ± 0.007	90
Cu	3.5	109 ± 4	50	106 ± 10	103	9.1 ± 0.4	53	9.45 ± 0.13	96
Pb	0.32	0.36 ± 0.04	47	0.35 ± 0.13	103	1.8 ± 0.1	51	2.00 ± 0.04	91
Co	0.13	0.55 ± 0.02	49	0.51 ± 0.09	107	0.34 ± 0.01	56	n/a	n/a
Ni	0.39	2.30 ± 0.05	49	2.5 ± 0.19	92	0.94 ± 0.04	52	n/a	n/a



Gráficos de señal para Ni en tejido de mejillón CRM 786 R

Fuente: [Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS](#)

Ejemplo

AAS de generación de hidruro: Determinación de As, Sb y Se

Preparación de muestra para As y Sb

Una preparación de muestra para ambos elementos:
Se coloca una muestra de 5 mL en un matraz volumétrico de 50 mL,
Se añaden 25 mL de HCl.

- Se mezcla y enfría. Se añaden 5 mL de urea 20%
- Se mezcla y enfría. Se añaden 2,5 mL de KI 20%
- Se diluye para marcar con agua desionizada.
- Se analiza para As y Sb después de 30 minutos

Muestra	Conc. (ppb)	DER %	Abs. media
Blanco	0,0		0,008
Patrón 1	2,0	2,0	0,062
Patrón 2	5,0	0,9	0,148
Patrón 3	10,0	0,6	0,262
Patrón 4	20,0	1,0	0,455
Patrón 5	40,0	0,4	0,70

Preparación de muestra y datos típicos de calibración para As mediante generación de hidruros



Espectroscopia de emisión atómica

General

Debido a las limitaciones en AAS, han empezado a utilizarse técnicas que no requieren lámparas dedicadas para cada elemento. Estas técnicas, denominadas de **espectroscopia de emisión atómica (AES)**, se basan en el hecho de que una vez que se excita un átomo de un elemento específico (al igual que la absorción atómica) emite luz con un patrón característico de longitudes de onda (un espectro de emisión) a medida que vuelve al estado base.

La llama no es una fuente de excitación ideal para la emisión atómica. Por lo tanto, se utilizan fuentes más calientes.

Abordaremos las siguientes técnicas:

- Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas (MP-AES)
- Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

Espectroscopia de emisión atómica

Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas

Se utiliza plasma de nitrógeno para desolvatar, atomizar y excitar los átomos de la muestra líquida que se han nebulizado en ella.

El plasma de nitrógeno es considerablemente más caliente (hasta 5.000°K) que la llama de aire-acetileno utilizada en AA.

La emisión atómica es bastante fuerte para la mayoría de los elementos, lo que supone una capacidad de detección mejorada y un rango dinámico lineal con respecto al AA de llama para la mayoría de elementos.

La intensidad de la luz emitida se mide mediante una detección óptica en las longitudes de onda características de los elementos de interés.

MP-AES

Ventajas

- Seguro (sin gas inflamable)
- Bajos costes de operación, ya que el nitrógeno puede obtenerse del aire comprimido utilizando un generador de nitrógeno
- No se necesitan lámparas para el análisis
- Identificación y cuantificación de prácticamente todos los metales y numerosos metaloides.
- Mejor rendimiento que AAS de llama

Limitaciones

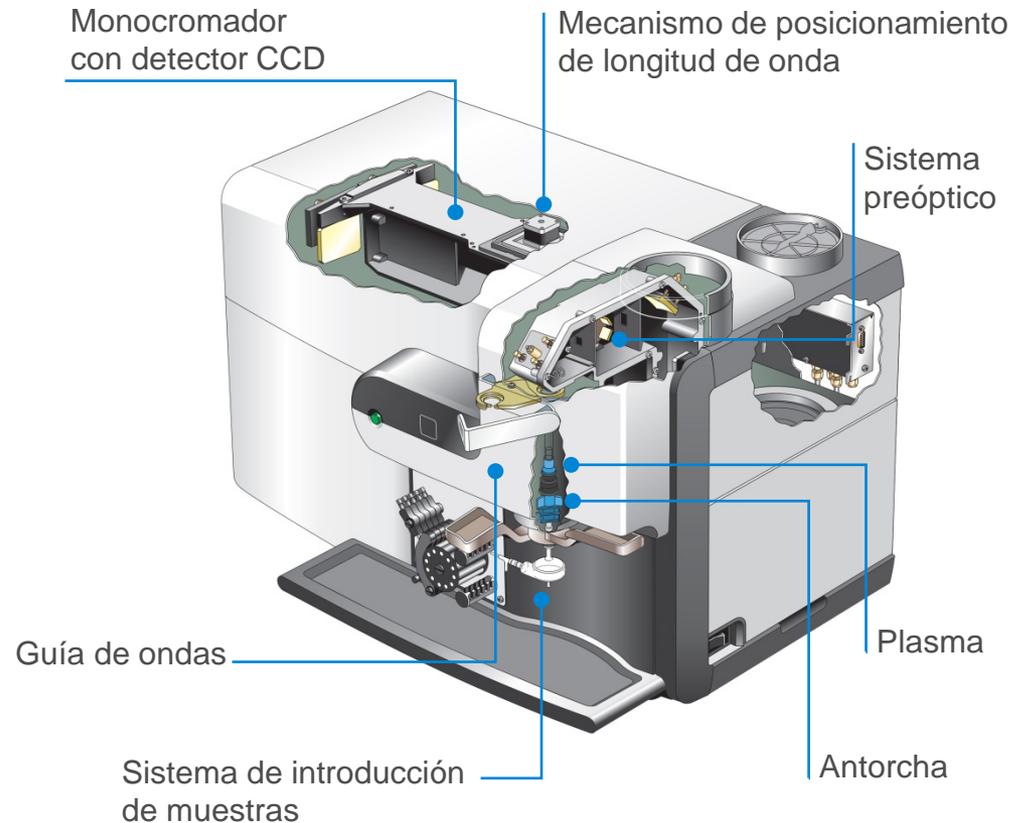
- Costes iniciales superiores que AAS
- Más interferencias comparado con AA de llama (incluyendo las interferencias espectrales)
- No tan sensible como AAS de cámara de grafito o ICP-MS
- No tan productivo como ICP-OES
- Sin determinación de isótopos



Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas Sistema

Aplicaciones clave

- Elementos a nivel de trazas en muestras geológicas
- Metales en extractos de suelo
- Elementos principales en alimentos y bebidas
- Análisis de petróleo
- Análisis de aguas residuales

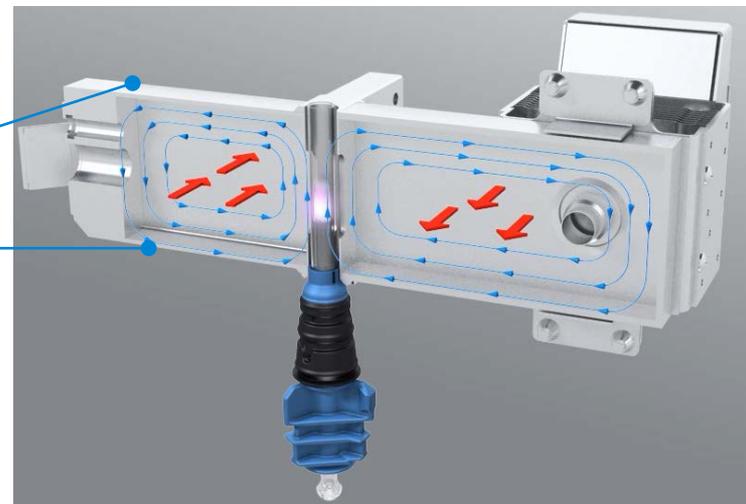


Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas

Cómo funciona?

El MP-AES de Agilent trabaja con nitrógeno obtenido del aire utilizando un generador de nitrógeno.

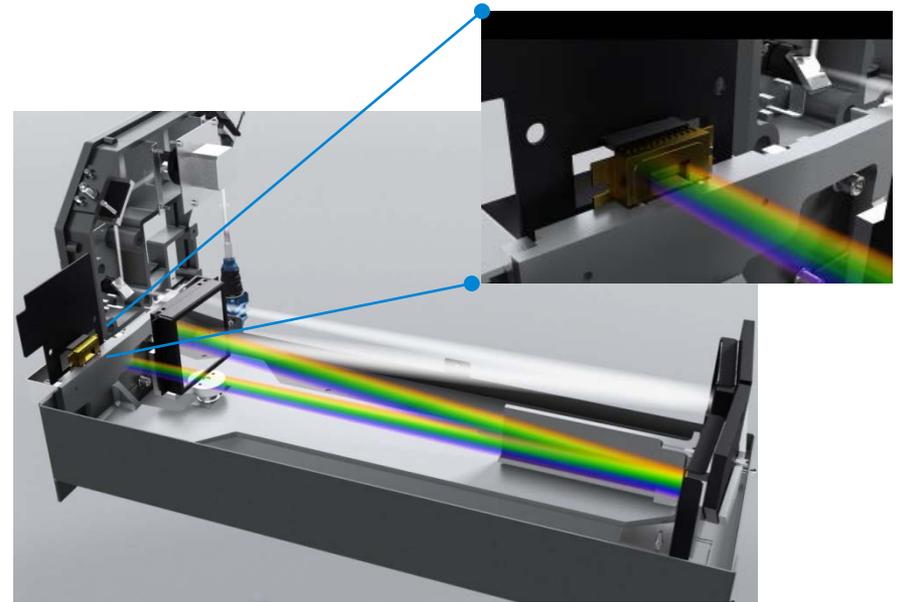
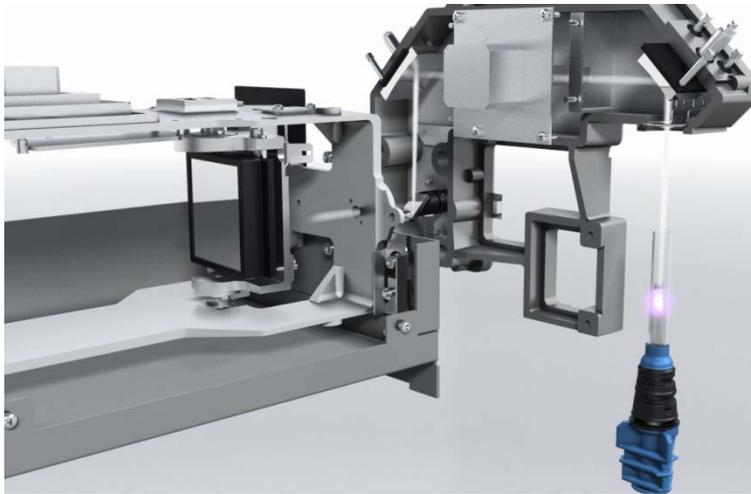
- Los campos magnéticos axiales y eléctricos radiales retienen el plasma de nitrógeno
- Se introduce el aerosol de la muestra en el plasma de nitrógeno



Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas

Cómo funciona?

- La emisión axial procedente del plasma de nitrógeno se introduce en las ópticas del monocromador de barrido rápido
- Las emisiones específicas de la longitud de onda se detectan mediante un CCD de alta eficacia



Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas

Determinación de nutrientes en suelo (Análisis de varios elementos)

	Cu		Fe		Mn		Zn	
Longitud de onda (nm)	324,754	324,7	259,94	372	257,61	280,1	213,857	213,9
Técnica	MP-AES	FAAS	MP-AES	FAAS	MP-AES	FAAS	MP-AES	FAAS
Conc. medida µg/g								
SSTD-Seg. 1	1,44	1,42	7,76	8,44	24,26	26,22	0,64	0,62
SSTD-Seg. 1	1,46	1,45	7,96	8,24	24,40	25,96	0,64	0,64
SSTD-Seg. 1	1,44	1,42	8,08	8,64	23,70	26,50	0,62	0,58
Media µg/g	1,45	1,43	7,93	8,44	24,12	26,23	0,63	0,61
Desv. estándar	0,01	0,02	0,16	0,20	0,37	0,27	0,01	0,03

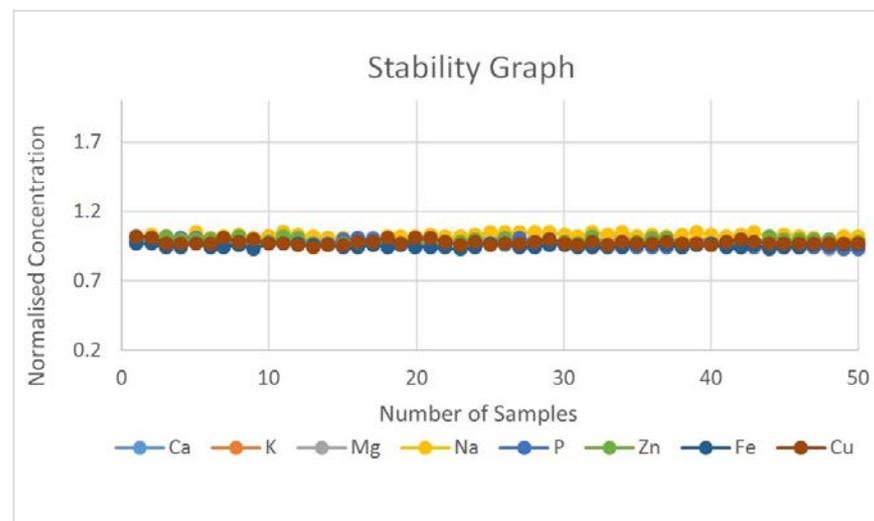
Resultados de MP-AES para Cu, Fe, Mn y Zn en extracción DTPA de suelo, comparados con FAAS

Fuente: [Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES](#)

Espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas

Medida de elementos mayoritarios y minoritarios en leche

Elemento	Valores certificados (g/kg)	Incertidumbre (g/kg)	Resultado (g/kg)	Recuperación (%)
Ca	13,9	0,7	14,21	102
K	17	0,8	16,66	98
Mg	1,26	0,07	1,31	104
Na	4,19	0,23	4,25	101
P	11	0,6	11,27	102
Elemento	Valores certificados (g/kg)	Incertidumbre (mg/kg)	Resultado (mg/kg)	Recuperación (%)
Zn	44,9	2,3	45,89	102
Fe	53	4	50,51	95
Cu	5	0,23	5,13	103



Determinación de Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn y Cu en TMAH, Triton X-100, EDTA y tampón de ionización mediante MP-AES 4200

Fuente: [Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200](#)

Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente

Principios de funcionamiento

Se utiliza un plasma acoplado inductivamente con argón (más caliente que MP, hasta 10.000° K) para desolvatar, atomizar y excitar los átomos de la muestra líquida que se han nebulizado en ella.

La intensidad de la luz emitida se mide mediante una detección óptica en las longitudes de onda características de los elementos de interés.

ICP-OES es capaz de medir la emisión tanto atómica como iónica por lo que se pueden monitorizar más longitudes de onda

Estas medidas pueden compararse con un patrón para cuantificar la concentración de los elementos en la muestra.

ICP- OES

Ventajas

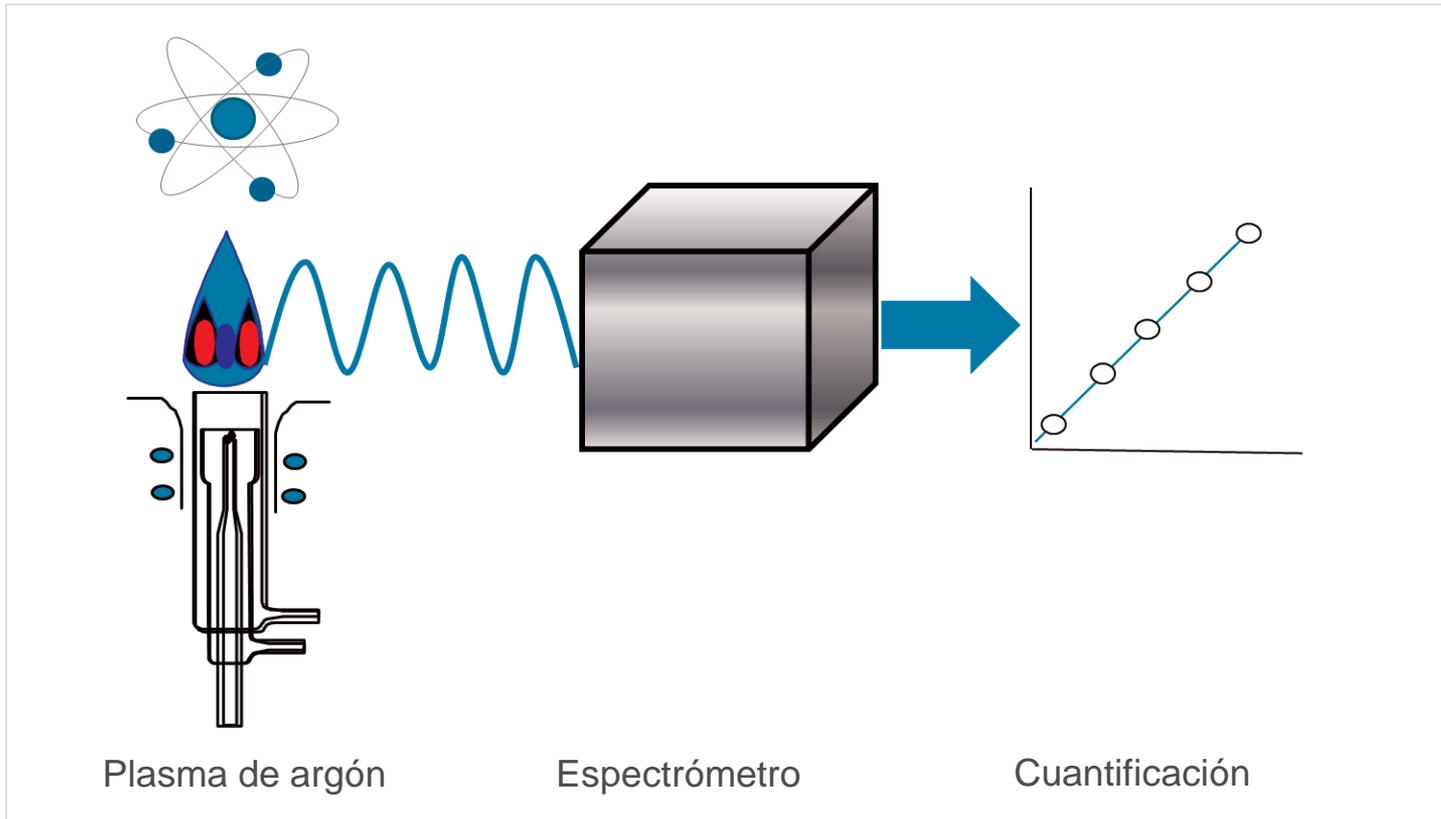
- Mayor número de muestras analizadas
- Análisis simultáneo de varios elementos (hasta 73 elementos)
- Amplio rango dinámico (desde sub-ppb hasta nivel %)
- Tolera matrices complejas
- Bajo consumo de gas argón
- Seguro (sin gas inflamable)

Limitaciones

- Costes iniciales superiores que AAS o MP-AES
- Más interferencias espectrales comparado con MP-AES
- No tan sensible como AAS de cámara de grafito o ICP-MS
- Sin determinación de isótopos

Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente

Configuración general



La antorcha de plasma puede visualizarse axial o radialmente. Algunos instrumentos de "visualización dual" permiten la visualización de ambas orientaciones, dependiendo del análisis que se esté realizando. (La vista axial proporciona una mayor longitud de paso y por lo tanto una mayor sensibilidad.)

Diagrama esquemático simplificado del sistema del espectrómetro de ICP-OES

Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente

Sistema

Aplicaciones clave

- Monitorización de agua/aguas residuales/residuos sólidos
- Determinación de trazas de elementos en agua
- Monitorización de mercurio en muestras medioambientales
- Análisis cuantitativo de varios elementos en muestras medioambientales de agua/suelo/sedimento
- Análisis de suelo: análisis del contenido de micronutrientes (agricultura)
- Determinación de metales preciosos y oro



Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente

Análisis de polvo de leche

Elemento	Valor certificado (mg/kg)	Valor medido (mg/kg)	Recuperación (%)
Nutrientes principales			
K 766,491	13630	13070	96
Ca 315,887	9220	9750	106
P 213,618	7800	7160	92
Na 589,592	3560	3530	99
S 181,792	2650	2650	100
Nutrientes secundarios y trazas			
Mg 279,078	814	749	92
Zn 202,548	28,0	28,9	103
Sr 421,552	4,35	4,37	101
Fe 259,940	1,8	1,9	107
Cu 327,395	0,46	0,46	100
Mo 204,598	0,29	0,27	92
Mn 257,610	0,17	0,18	103

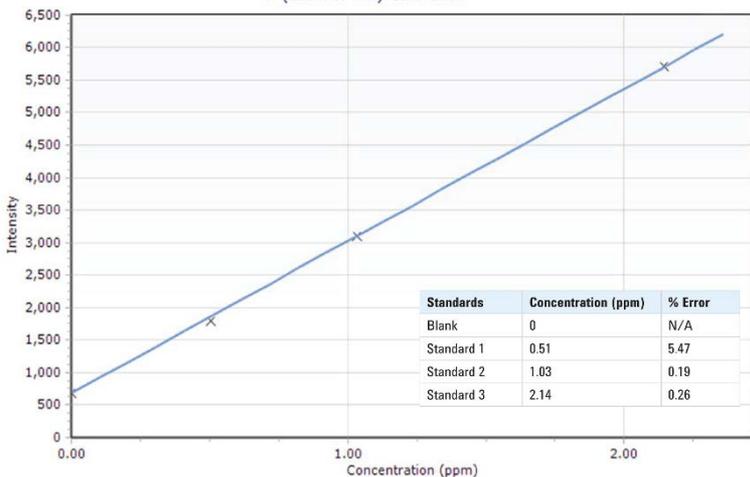
Análisis de polvo de leche NIST 8435 SRM mediante el ICP-OES 5100 SVDV

Fuente: [Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

Espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente

Análisis de combustible biodiésel

P (213.618 nm) Calibration



La curva de calibración para la línea P 213.618 nm, utilizando la corrección de fondo FBC, muestra una excelente linealidad a lo largo del rango calibrado, con un coeficiente de correlación de 0,99986.

Elemento	λ (nm)	Corrección de fondo utilizada	Rango de calibración (mg/kg)	Coefficiente de correlación	MDL (ppm)
Ca	422,673	Ajustado	0-2	0,99995	0,004
K	766,491	FACT	0-2	0,99996	0,008
K	766,491	Ajustado	0-2	0,99935	0,048
Mg	279,553	Ajustado	0-2	0,99994	0,0004
Na	588,995	FACT	0-2	0,99991	0,002
Na	588,995	Ajustado	0-2	0,99996	0,048
P	213,618	Ajustado	0-2	0,99996	0,013
S	181,972	Ajustado	0-2	0,99967	0,31

Longitudes de onda y parámetros de calibración del ICP-OES 5100 de Agilent. Se muestran todos los resultados en las soluciones.

Fuente: [Analysis of biodiesel oil \(as per ASTM D6751 & EN 14214\) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

General

ICP-MS combina dos ventajas:

1. Plasma acoplado inductivamente (ICP) de argón como fuente de iones muy eficiente
2. Un espectrómetro de masas para un barrido rápido, alta transmisión iónica y resolución de masas unidad

La principal diferencia con respecto a ICP-OES es el análisis de iones atómicos. La mayoría de los elementos tienen el primer potencial de ionización de 4 a 10 eV, que se ioniza eficazmente en ICP de argón.

Los iones se pasan a la zona de alto vacío para su separación y detección. Se rechazan los fotones y especies neutras.

El espectrómetro de masas separa los iones según su relación masa/carga (m/z).

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

General

Un detector multiplicador de electrones genera un pulso para cada ion que lo alcanza.

Dado que la carga en un elemento ionizado solo es 1, la m/z es igual a la masa, por lo que el ICP-MS mide los elementos como un espectro simple de masa atómica (isotópica) característica desde ${}^6\text{Li}$ hasta ${}^{238}\text{U}$.

ICP-MS

Ventajas

- Técnica más sensible
- Análisis de varios elementos
- Información isotópica (análisis de IR, ID)
- Amplio rango dinámico
- Tolera matrices complejas

Limitaciones

- Menos tolerancia de matriz que el ICP-OES
- La técnica más cara (costes de adquisición y funcionamiento)
- Sujeto a interferencias isobáricas

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

Configuración general

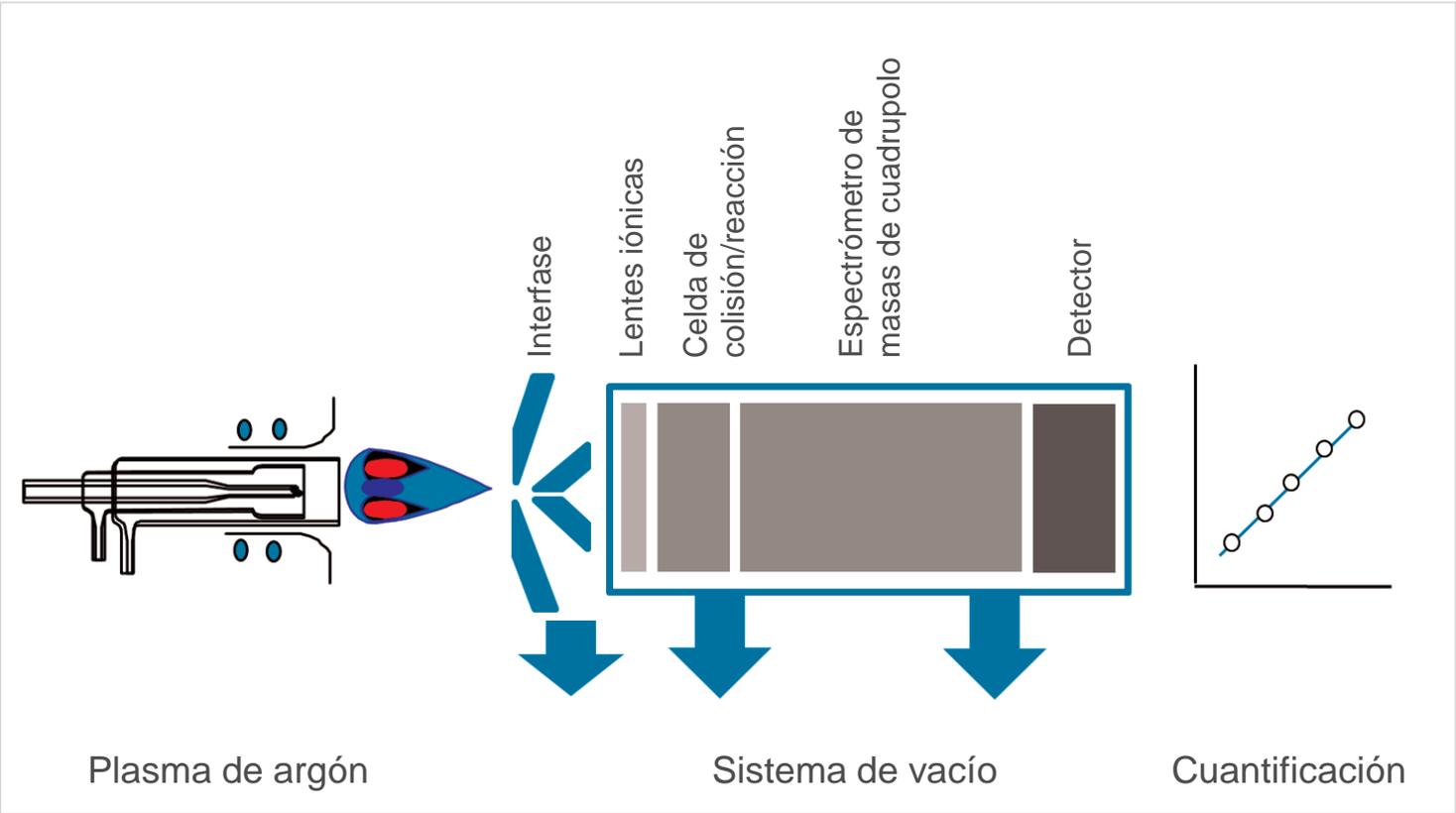
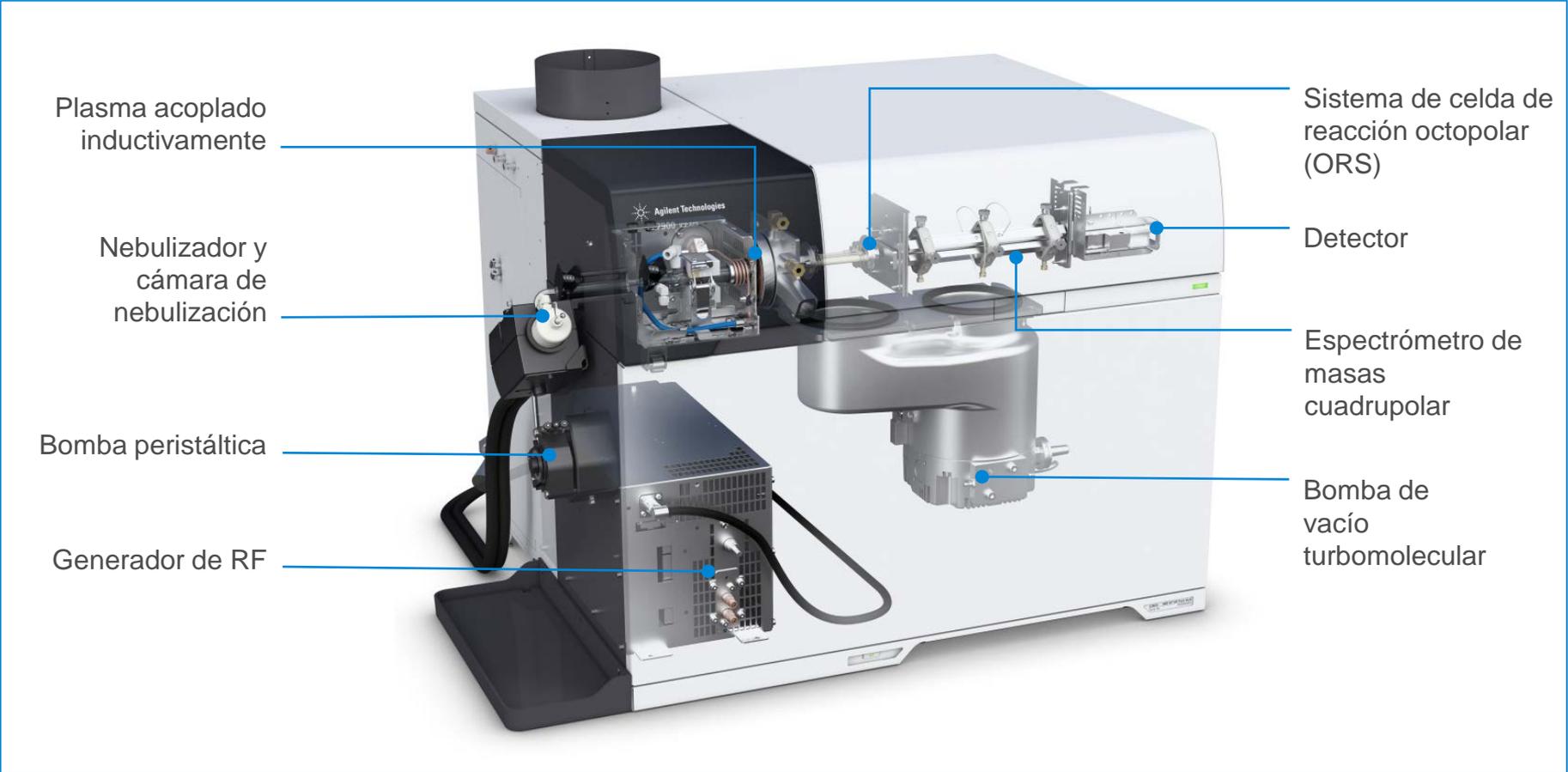


Diagrama esquemático simplificado de los componentes principales de un sistema ICP-MS de cuadrupolo.

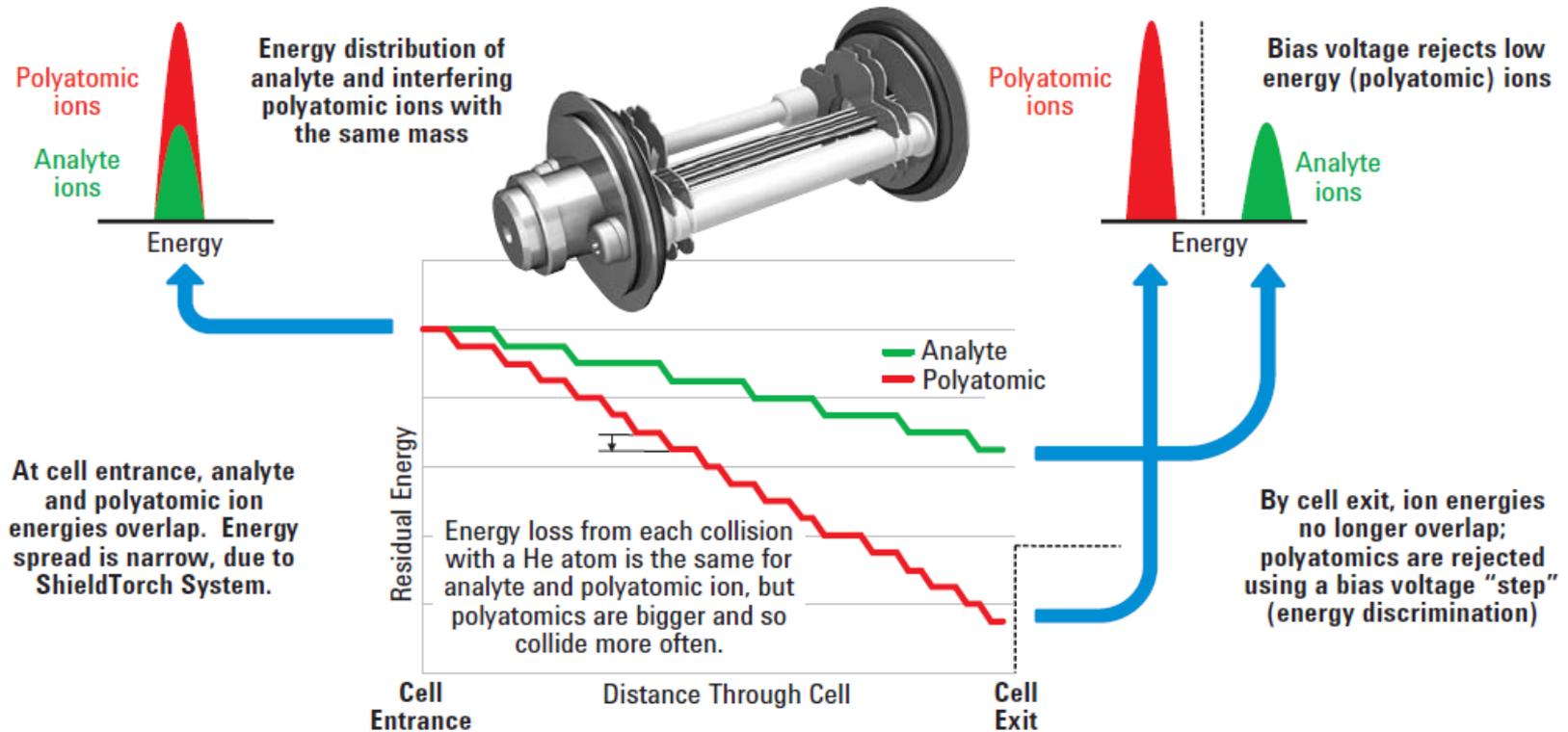
Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente Sistema



Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

Cómo el modo de celda de colisión con helio elimina la interferencia espectral

Interference removal using He mode and Kinetic Energy Discrimination (KED)



Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente ICP-MS como detector de cromatografía

Además de su uso común como analizador independiente de metales, el ICP-MS se utiliza cada vez más como detector para un rango de métodos de separación cromatográfica

- Electroforesis capilar (CE)
- Fraccionamiento de flujo-campo (FFF)
- Cromatografía iónica (IC)
- Cromatografía de líquidos (HPLC)
- Cromatografía de gases (GC)

En esta configuración, la técnica inicial separa las especies diferentes (en el tiempo) y el ICP-MS funciona como un detector selectivo de masas para medir los elementos asociados con los compuestos de interés a medida que eluyen del cromatógrafo.



Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

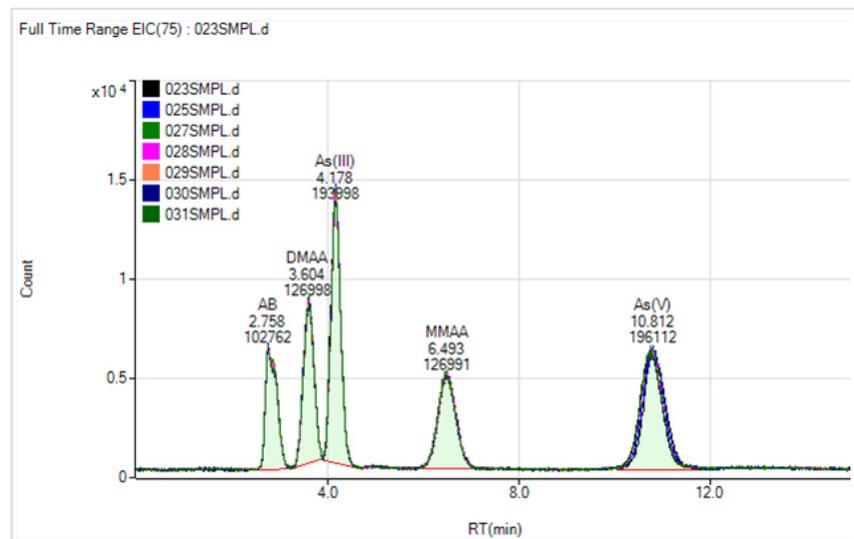
Especiación con LC-ICP-MS y GC-ICP-MS

Ejemplo de aplicación de HPLC-ICP-MS:

- Arsénico inorgánico frente orgánico
- Organoestánicos
- Metilo-mercurio

Ejemplos de GC-ICP-MS:

- Pesticidas
- Residuos de agentes nerviosos organofosforados
- Éter difenílico polibromado
- Nano-partículas



Siete cromatogramas superpuestos de zumo de manzana añadidos con 500 ng/L de patrón As.



Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

Análisis de agua potable

La mayoría de los países desarrollados han promulgado leyes y programas de monitorización para asegurar que el suministro de agua potable no contenga compuestos químicos potencialmente dañinos. Para ello, hay un uso extendido de la técnica rápida y multi-elemental de ICP-MS.

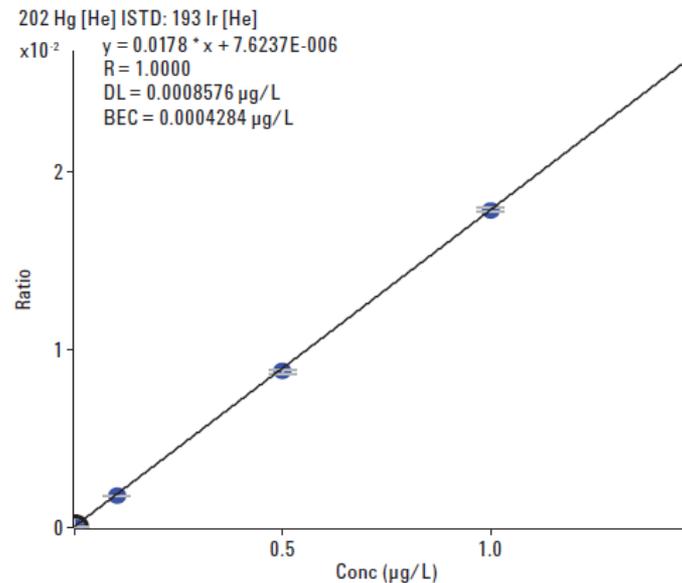
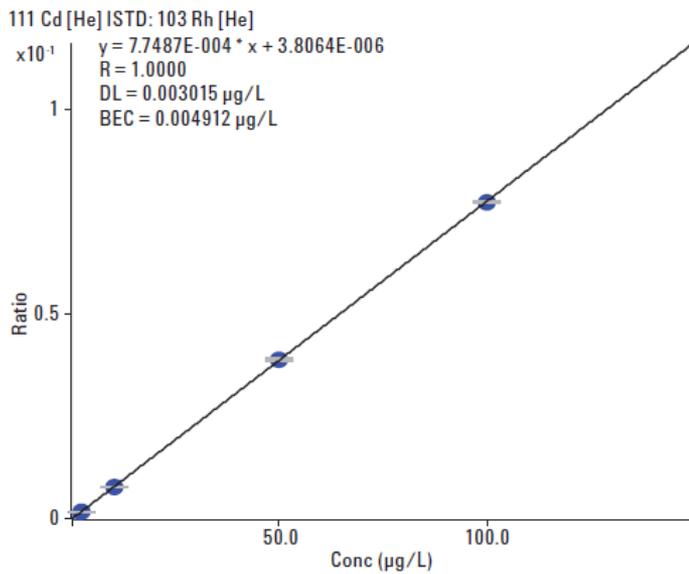
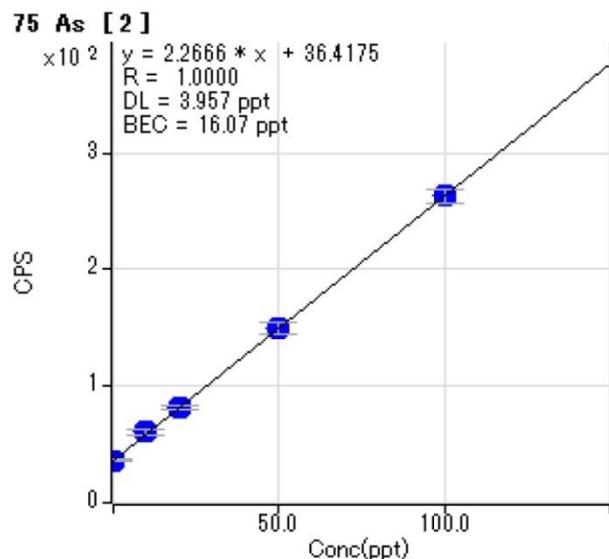


Gráfico de calibración de Cd y Hg

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente

Análisis de impurezas de trazas metálicas en HCl de gran pureza

HCl se utiliza frecuentemente para eliminar las impurezas metálicas en la superficie de las obleas de silicona. El proceso de fabricación de los dispositivos semiconductores requiere una monitorización rutinaria de los contaminantes de ultratrazas en HCl.



As, que sufre interferencia de $ArCl^+$, puede medirse en niveles de traza.

Elemento	m/z	Modo	DL ppt	BEC ppt
Li	7	frío	0,016	0,004
Be	9	sin gas	0,13	0,11
B	11	sin gas	4,5	9,7
Na	23	frío	0,44	1,3
Mg	24	frío	0,11	0,22
Al	27	frío	0,79	1,1
K	39	frío/ NH_3	0,40	0,50
Ca	40	frío/ NH_3	1,1	2
As	75	He	4,0	16

Fuente: [Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS](#)

Resumen

Técnicas de espectroscopia atómica

	AAS		MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	
	FAAS	GFAAS			SQ	QQQ
Límites de detección	100's ppb	10's-100's ppt	ppb – 10's ppb	100's ppt-ppb	<ppt	<ppt
Modo de medición	Secuencial	Secuencial	Secuencial	Simultáneo	Secuencial (MS)	Secuencial (*MS/MS para problemas difíciles de interferencias)
Máx. muestras/día	100-200 (~6 elementos)	50-100 (~2 elementos)	300-500 (~10 elementos)	2000-2500 (50+ elementos)	750-1000 (~50 elementos)	500-750 (~50 elementos)
Rango dinámico de funcionamiento	3-4	2-3	4-5	7-8	10-11	9
Experiencia del operario requerida	Baja	Media	Baja	Media	Alta	Muy alta

Abreviaturas

Abreviatura	Definición
A	absorbancia
AAS	espectroscopia de absorción atómica
AES	espectroscopia de emisión atómica
b	paso óptico (cm)
c	velocidad de la luz ($3 \times 10^8 \text{ ms}^{-1}$)
e	coeficiente de extinción o absorción molar ($\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$)
E	campo eléctrico oscilante
<i>E</i>	energía
h	Constante de Planck ($6,62 \times 10^{-34} \text{ Js}$)
I	radiación transmitida
I_0	radiación incidente

Abreviatura	Definición
ICP-OES	espectroscopia de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente
ICP-MS	espectroscopia de masas por plasma acoplado inductivamente
SQ	espectrometría de masas de cuadrupolo simple
QQQ	espectrometría de masas de cuadrupolo triple
M	campos magnéticos oscilantes
MP-AES	espectroscopia de emisión atómica por plasma de microondas
T	transmitancia
v	frecuencia (s^{-1})
XRF	fluorescencia por rayos X
XRD	difracción de rayos X

Más información

Para obtener más información sobre los productos de Agilent, visite los sitios web www.agilent.com y www.agilent.com/chem/academia.

Tiene alguna consulta o sugerencia en relación con esta presentación? Escriba a academia.team@agilent.com

Publication	Title	Pub. No.
Primer	Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory	5991-5326EN
Application	Extending the analytical range for gold using UltrAA lamps	SI-A-1138
Application	Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS	SI-A-1361
Application	Determination of As, Sb and Se in Difficult Environmental Samples by Hydride Generation	SI-A-1299
Application	Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES	5991-5675EN
Application	Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200	5991-5959EN
Application	Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-4900EN
Application	Analysis of biodiesel oil (as per ASTM D6751 & EN 14214) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-5333EN
Application	Arsenic speciation analysis in apple juice using HPLC-ICP-MS with the Agilent 8800 ICP-QQQ	5991-0622EN
Application	Agilent 7900 ICP-MS simplifies drinking water analysis	5991-4938EN
Application	Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS	5990-7354EN
Application Compendium	Agilent Speciation Handbook (2nd Edition)	5990-9473EN
Brochure	Atomic Spectroscopy Portfolio Brochure	5990-6443EN
Web	CHROMacademy – free access for students and university staff to online courses	
Videos & Images	www.agilent.com/chem/teachingresources	



GRACIAS POR SU ATENCIÓN

Número de publicación 5991-6593ES

← Índice

Exclusivamente para fines educativos

March 7, 2016

46



Agilent Technologies

ACADEMIC
& INSTITUTIONAL
RESEARCH