

Annex C – ICP Masses

ÍNDIX

C.1. INTRODUCCIÓ TEÒRICA	3
C.2. ANÀLISI DE LES MOSTRES	5
C.2.1. Patrons	5
C.2.1.1. Arbres de dil·lució	5
C.2.1.2. Preparació dels patrons	8
C.2.2. Mostres	9
C.2.3. Blanc	10
C.2.4. Control	10
BIBLIOGRAFIA	11



C.1. Introducció teòrica

A continuació es realitza l'explicació de la tècnica ICP masses, emprada per a la determinació de les concentracions dels metalls existents en les diferents dissolucions obtingudes. En primer lloc es realitza una breu introducció teòrica sobre la tècnica en si, i posteriorment, als diversos apartats següents, es realitza l'exposició de les diferents experiències que es varen realitzar en els diferents anàlisis.

L'espectrometria de masses amb plasma d'acoblament inductiu (ICP-MS) és la tècnica analítica instrumental més ràpida que existeix actualment per a la determinació d'elements a nivells traça. Tot i que es poden determinar, pràcticament, el mateix tipus d'elements que amb d'altres tècniques espectroscòpiques com l'absorció atòmica de flama (FAA) o de forn de grafit (GFAA), la tècnica d'ICP-MS presenta clars avantatges pel què fa a límits de detecció (veure Fig C.1), rapidesa, sensibilitat i capacitat per a mesures multielement.

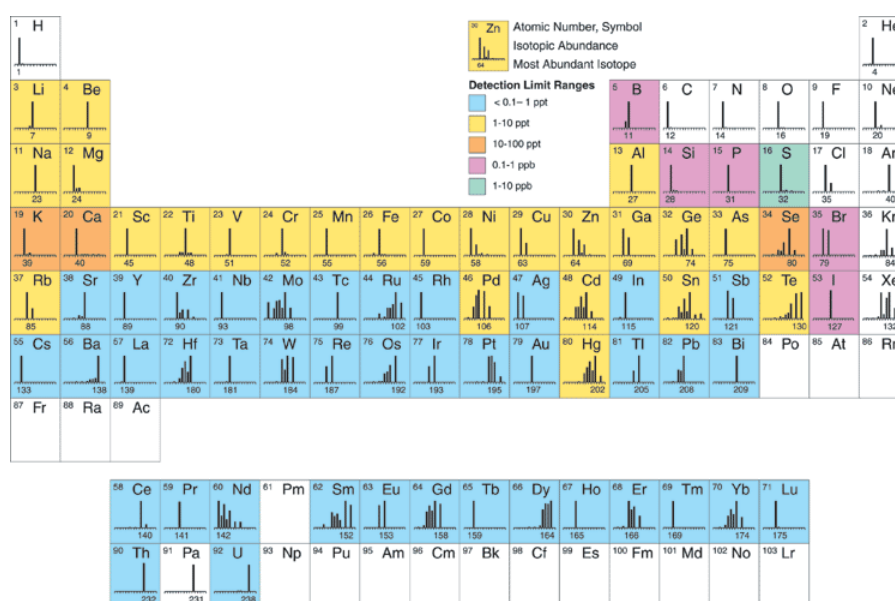


Fig. C.1. Límits de detecció per als diferents elements a ICP –Masses [1]

En la Fig C.2 es mostren els principals components d'un sistema ICP-MS. La tècnica consisteix en introduir la mostra líquida al nebulitzador on és convertida en un aerosol mitjançant gas argó. Les partícules més fines d'aquest aerosol (aproximadament 1-2% de la mostra) són separades i transportades cap a la torxa mitjançant un sistema d'injecció. En la torxa és on té lloc la ionització de la mostra mitjançant el plasma. Aquest plasma es



produeix per la interacció d'un intens camp magnètic (generat per radiofreqüències en una bobina de coure) amb el gas argó. Aquesta interacció ionitza el gas i mitjançant l'acció d'una guspira es forma un plasma d'elevada temperatura ($\approx 2000^{\circ}\text{C}$) a l'extrem de la torxa.

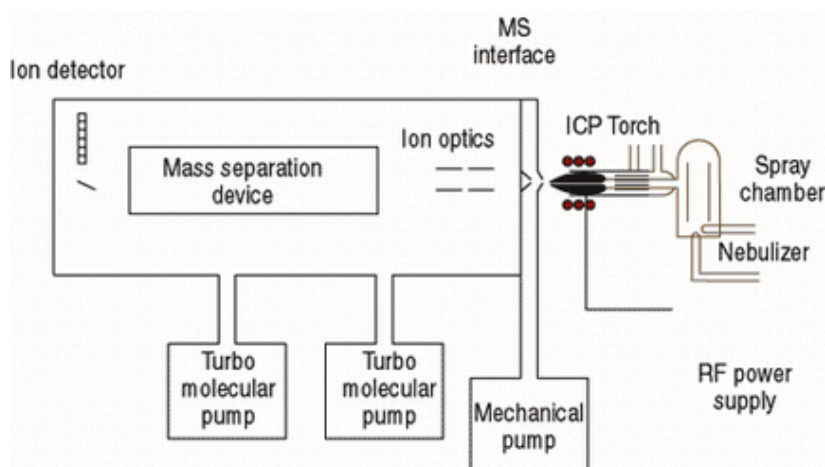


Fig. C.2. Components principals d'un sistema ICP-MS [1]

Un cop la mostra ha estat ionitzada, els ions obtinguts són dirigits cap a l'espectròmetre de masses mitjançant un sistema òptic de lents que operen a un determinat voltatge i en condicions de buit ($\approx 10^{-2}$ torr). Dins l'espectròmetre de masses (el qual opera a un buit de $\approx 10^{-6}$ torr) té lloc la separació dels diferents analits en funció de la seva relació càrrega/massa (q/m).

Existeixen diversos sistemes per a dur a terme aquesta separació. L'aparell que s'utilitzarà (Elan 6000 de Perkin Elmer) conté un quadrupol magnètic que consisteix en 4 cilindres d'igual diàmetre i llargada. Mitjançant l'aplicació d'un camp elèctric en dos d'aquests cilindres i un camp de radiofreqüències en els altres dos, els ions d'una determinada massa seleccionada poden travessar el quadrupol i dirigir-se cap al detector, mentre que els altres seran exclosos i expulsats a l'exterior del quadrupol. Aquest procés es repeteix per als altres ions de diferent relació q/m fins que tots els analits de la mostra han estat detectats. Mitjançant aquest procés, es poden arribar a determinar un total de 25-30 elements en menys d'un minut de temps i amb elevada precisió.

Per a finalitzar el procés d'anàlisi, els ions que impacten sobre el detector generen un senyal elèctric que és amplificat i registrat.



C.2. Anàlisi de les mostres

Per tal de poder realitzar l'anàlisi de les mostres s'han de preparar tota una sèrie de dil·lucions. Aquestes dil·lucions estan formades per: patrons, mostres, blanc i control. A continuació es realitza una explicació de cadascuna de les dil·lucions realitzades per a cadascun. En aquesta explicació estan inclosos els arbres de dilucions. En totes aquestes mostres hi ha dues substàncies claus:

- Patró intern: Es fa servir bàsicament per a eliminar efectes de matriu, per exemple, si la mostra té una elevada mostra iònica. En aquest cas es fa servir el Rodi perquè té molt poques interferències. Es podria fer servir un altre element, sempre i quan no interferís amb cap element de la mostra a analitzar.
- Medi: àcid nítric. S'utilitza per tal de no fer servir aigua i per aconseguir un pH lleugerament àcid.

C.2.1. Patrons

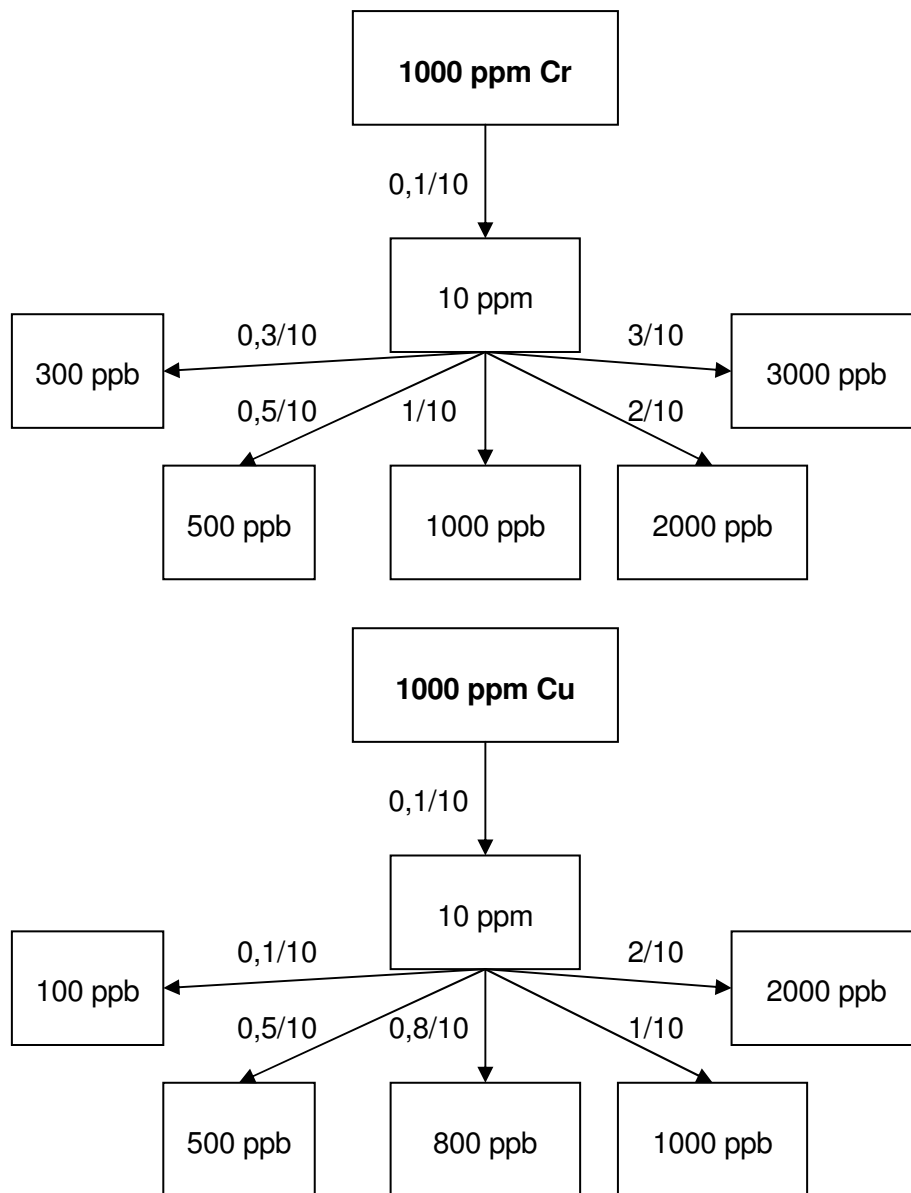
Per una banda, s'ha de realitzar la preparació dels patrons. En la preparació dels patrons es realitza un número determinat de dil·lucions per tal de poder abarcar un rang de concentracions detectables per l'equip, per tal de poder realitzar les rectes patró. Posteriorment, quan es realitza l'anàlisi de les mostres, la concentració ha d'estar dins d'aquest rang establert. En cas de no ser així, s'haurien de repetir tots els càlculs de les rectes patrons i, per tant, caldria fer unes noves dil·lucions amb un rang de concentracions nou.

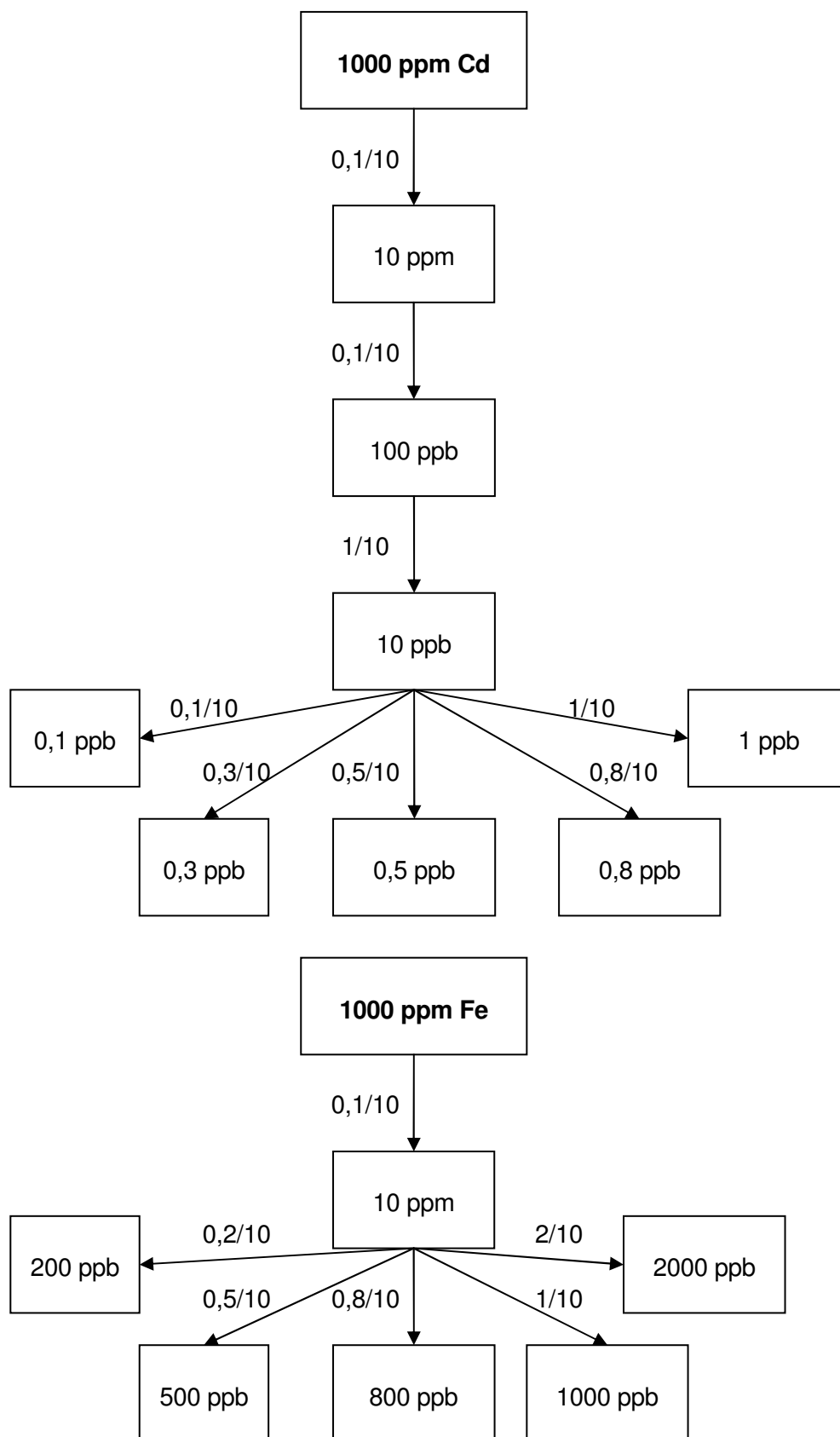
C.2.1.1. Arbres de dil·lució

Les bases per fer les dil·lucions són totes de 10 ml. Com és una tècnica que requereix de molta precisió a l'hora de realitzar-la experimentalment, i tenint en compte la inexperiència de l'autora en aquesta matèria, s'ha realitzat un patronatge de les mostres en 5 punts, tot i que normalment, quan hi ha un domini de la tècnica, amb tres punts ja seria suficient.

Els arbres de dil·lució emprats en tots els assajos són els següents:







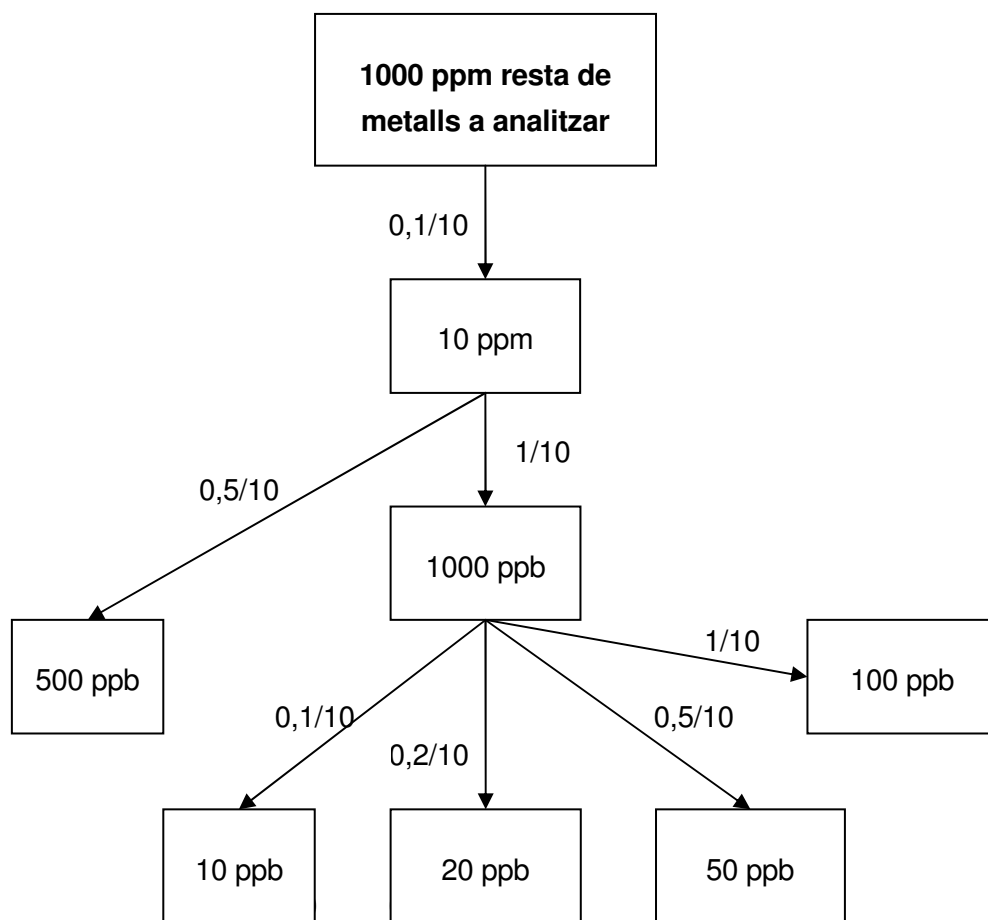


Fig. C.3. Arbre de dil·lució per a la preparació dels patrons

C.2.1.2. Preparació dels patrons

Un cop realitzats els càlculs, es procedeix a realitzar les dil·lucions en 5 tubs tot pipetejant les quantitats indicades a la taula C.1. Notar que la suma de cada tub sempre ha de resultar en 10 ml, que és la base de càlcul que s'ha pres:

TUB	ml Cu	ml Cd	ml Fe	Resta de metall	ml Patró intern	ml HNO ₃
1	0,1	0,1	0,2	0,1	1	8,5



2	0,5	0,3	0,5	0,2	1	7,5
3	0,8	0,5	0,8	0,5	1	6,4
4	1	0,8	1	1	1	5,2
5	2	1	2	0,5	1	3,5

Taula C.1. Tubs de dil·lució per a la preparació dels patrons

La preparació del patró del crom es realitza per separat ja que la seva concentració és massa elevada i s'ha de diluir molt la mostra. Si no es realitzés d'aquesta manera, no seria detectat. A continuació es mostra la taula C.2, on es pot veure els tubs de patró per al crom:

TUB	ml Cr	ml Patró intern	ml HNO ₃
1	0,3	1	8,7
2	0,5	1	8,5
3	1	1	8
4	2	1	7
5	3	1	6

Taula C.2. Tubs de dil·lució per a la preparació del patró del Cr

C.2.2. Mostres

És el segon tipus de dil·lucions que es realitza. Es realitza una dil·lució de 100 vegades a la mostra, tot afegint el patró intern i posteriorment, l'àcid nítric.

Així doncs, per a cada mostra que es vol analitzar, es realitza la següent preparació en el seu tub corresponent:



TUB	ml mostra	ml patró intern	ml HNO₃
Nom de la mostra	0,1	1	8,9

Taula C.3. Tubs de dil·lució per a la preparació de les mostres

C.2.3. Blanc

El blanc serveix per a saber quina intensitat es té de fons. Teòricament el blanc porta tots els reactius que té la mostra i els patrons excepte el/s analit/s.

Es realitza la preparació del blanc tot afegint en un tub 1 ml de patró intern i 9 ml de HNO₃.

C.2.4. Control

El control es realitza per tal de tenir una base de referència. És a dir, és una mostra on hi ha una concentració coneguda de cada element, i així, a l'hora d'obtenir els resultats, aquests han de coincidir amb la concentració ja coneguda més o menys, sempre acceptant un petit error experimental a l'hora de realitzar la dil·lució.

En aquest cas es fa servir una mostra comercial on es realitza una dil·lució de 100 vegades. Així doncs, el tub corresponent a la preparació del control està compost per: 0,1 ml de mostra comercial, 1 ml de patró intern i 8,9 ml de HNO₃.



Bibliografia

[1] MONOGRAFIAS : [<http://monografias.com> amb link Chemkeys]

[2] ICP MS: [<http://uhu.es/icp.html>]

