

DETERMINACIÓN DE METALES PESADOS A NIVELES TRAZAS EN MATRICES COMPLEJAS POR ICP-OES UTILIZANDO MODELOS DE DECONVOLUCIÓN ESPECTRAL

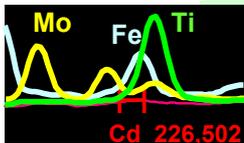
*1 Laboratorio de Vigilancia y Control de la Contaminación de Huelva (EGMASA)
*2 Consejería de Medio Ambiente (Junta de Andalucía)

Las interferencias espectrales son el impedimento más significativo en el uso efectivo de la técnica de emisión por plasma inducido (ICP-OES). Cuando se analizan metales a niveles trazas en matrices complejas, se deben realizar correcciones si existe solapamiento de otras líneas con el espectro de interés. El uso de la Técnica Rápida de Ajuste Automatizado de Curvas, patentado por VARIAN (FACT) permite conseguir en línea una deconvolución espectral de los picos, que resuelve espectros complejos separando la señal del interferente del analito de interés.

IDENTIFICACIÓN DE INTERFERENCIAS ESPECTRALES

Se calibró el equipo Vista Pro, CDD Simultaneous Axial ICP-OES utilizando estándares multielementales, para 24 analitos

- Se eligieron las líneas más prominentes para cada analito.
- Se analizaron como muestras, estándares monoelementales de 100 mg/L (interferentes)



c) Se obtuvieron los espectros de los interferentes en la línea de analito de interés, que producen solapamiento o producen cambios en la señal de fondo, causando resultados falsos.

CUANTIFICACION DE INTERFERENCIAS EN ANALITO

Se calibró el equipo de ICP-OES para cada analito de interés usando estándar monoelemental y se analizó la siguiente secuencia

- Analito de interés a dos niveles de concentración
- Analito a dos niveles de concentración en presencia de un solo elemento interferente
- Analito a dos niveles de concentración en presencia de varios elementos interferentes

Línea Cd 226.502: 0.050 ppm Cd

Samples	Interferencias	No FACT	Fact (Mo)	Fact (Fe)	Fact (Ni)	Fact (Ti)	Fact (Co)
0.050 ppm Cd	-	0.049	0.049	0.049	0.049	0.049	0.049
0.050 Cd+ Fe	300 ppm Fe	0.066	0.066	0.049	0.066	0.071	0.067
0.05 Cd + Co	10 ppm Co	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050
0.050 Cd + As+Co	5 ppm As	0.053	0.053	0.054	0.053	0.053	0.053
	10 ppm Co						
0.050 Cd + Int-1	20 ppm Cr	0.051	0.051	0.051	0.051	0.051	0.051
	5 ppm As						
	10 ppm Mo						
0.050 Cd + Int-2	10 ppm Ni	0.066	0.066	0.048	0.065	0.071	0.068
	10 ppm Co						
	300 ppm Fe						
	10 ppm V						
	10 ppm Ti						

[Fe]= 300 mg/L aumenta la señal de Cd en 0.017 mg/L

CONDICIONES LIMITES PARA LA APLICACIÓN DE MODELOS DE FACT

Element	Line	Fact	Limits condone for applying FACT	Identification contribution
As	188.980	Cr + Fe + Mo	As < 100 y Cr > 10 y Fe > 200	0.11% Cr +0.00% Fe +0.000% Mo
Cd	226.502	Fe	Si Cd < 0.050 y Fe > 100	+0.001% Fe
Cr	201.710	Mn	Apply FACT if determination peak is observed	+0.15% Mn
Cu	327.396	Fe + (Ti)	Cu < 0.050 y Fe > 2.000	0.001% Fe
Co	228.616	Mn+Ti+Cr+Ba	Co < 0.050 y Ti > 3, Ba > 10	+0.15% Ba +0.04% Ba
Mn	263.306	Cr	Mn < 0.050 y Cr > 30	+0.05% Cr
Ni	330.237	Zn + Ti	Always	
Pb	220.353	Fe+Cr+Mn+Co+Al	Si Pb < 0.050 y Fe > 30	+0.00% Fe +0.20% Cr
Ti	360.798	Co+Mn+Ti+V	Ti < 0.200 y Co > 8, Ti > 10, V > 10, Mn > 20	+0.15% Ti +0.15% Mn +0.05% V
V	242.404	Mn	V < 0.100 y Mn > 7	0.13% Mn
	311.837	Ti+Cr	V < 0.100 y Cr > 14	+0.07% Cr
Zn	213.857	Mn+Cu+V	Si Zn < 0.250 y Ni > 5	+0.03% Ni

Se calcularon las condiciones límites para la aplicación de los modelos de FACT con objeto de obtener $\pm 10\%$ de desviación del valor teórico de la concentración del analito.

Se desarrolló una hoja de cálculo que indica cuando aplicar modelos de FACT introduciendo los valores del analito y de los interferentes

Line	Value No FACT	Interferencia	Interference value (mg/L)	Contribución	Real Value	%R	
As 188.980	0,104	Cr	9,999	-0,011	0,115	10,58	FACT
		Fe	317,000	0,010	0,094	9,14	No FACT
		Mo	0,003	0,000	0,104	0,00	No FACT
Pb 220.353	1,052	Fe	317,000	-0,051	1,103	4,82	No FACT
Ti 334.188	0,050	Fe	317,000	0,016	0,034	31,70	FACT
Tl 334.941	0,036	Cr	9,999	0,003	0,033	8,33	No FACT

CONTROL DE CALIDAD PARA SUPERVISAR LA VALIDEZ DE LOS ANALISIS DE METALES POR ICP-OES (ISO17025)

Uso de materiales de referencia certificados que cubren todas las matrices bajo acreditación. Participación en programas inter laboratorios para diversas matrices tales como suelos, material foliar, muestras biológicas, aguas marinas y residuales.

Control de calidad interno: blancos, estándares, muestras dopadas, muestras ciegas, duplicados, y muestras de control de calidad (QC). Para verificar que las correcciones del modelo de FACT son exactas, se analiza un QC que contiene el analito y los elementos que interfieren. Se debe recuperar el analito dentro del $\pm 20\%$ del valor teórico.

EJEMPLO DE MODELO DE FACT EN MUESTRA DE AGUA

Modelo de FACT en la determinación de Plomo en presencia de Renio en muestra de agua residual industrial

