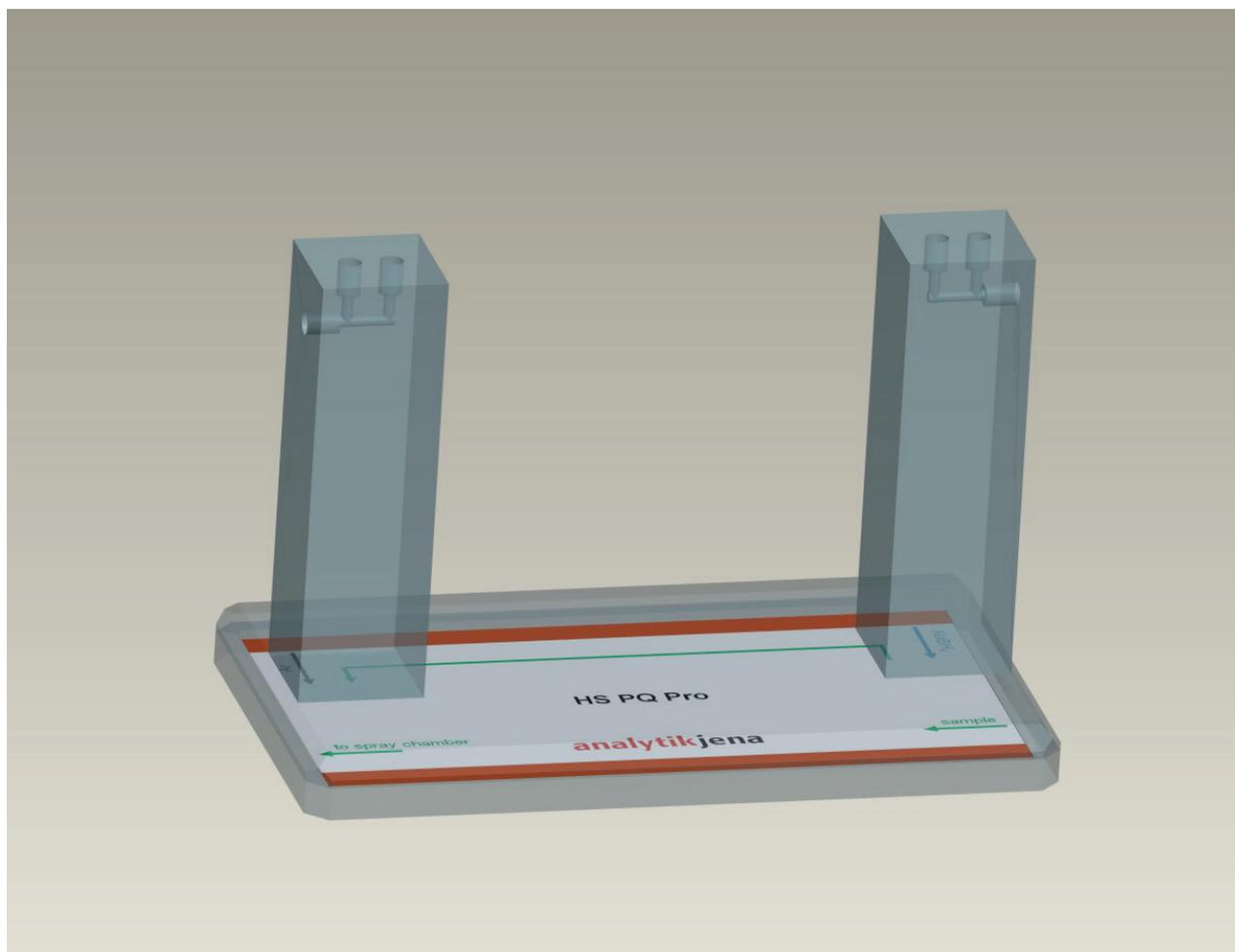


Manual de instrucciones

HS PQ Pro

Sistema de hidruro para ICP-OES



Fabricante Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Alemania
Teléfono + 49 3641 77 70
Fax + 49 3641 77 92 79
E-mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Alemania
Teléfono + 49 3641 / 77-7407 (Línea de atención)
E-mail service@analytik-jena.com

Información general <http://www.analytik-jena.com>

Derechos de autor y
marcas comerciales PlasmaQuant es una marca registrada en Alemania propiedad de Analytik Jena. En
este manual se prescinde del uso de las marcas ® o TM.

Edición C (07/2023)

Realización de la
documentación técnica Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Contenido

1	Generalidades	5
1.1	Indicaciones sobre el manual de usuario.....	5
1.2	Uso previsto.....	5
1.3	Garantía y responsabilidad	6
2	Indicaciones de seguridad	7
2.1	Indicaciones generales.....	7
2.2	Exigencia del personal	7
2.3	Indicaciones de seguridad en el transporte.....	7
2.4	Indicaciones de seguridad para el funcionamiento.....	8
2.4.1	Generalidades	8
2.4.2	Manejo de muestras y reactivos	8
3	Descripción técnica	9
3.1	Principio de funcionamiento.....	9
3.2	Estructura del HS PQ Pro	9
3.3	Placa de identificación	10
4	Instalación del HS PQ Pro	11
5	Manejo	13
5.1	Preparación de reactivos y muestras	13
5.2	Realización de la medición	14
5.2.1	Elaboración de métodos para la determinación con el HS PQ Pro	14
5.2.2	Ajustes de las condiciones de encendido de plasma	16
5.2.3	Comprobación de la estanqueidad del sistema y encender el plasma.....	16
6	Indicaciones para la aplicación	18
6.1	Preparación de muestras y estándares.....	18
6.1.1	Reducción de arsénico (V) a arsénico (III)	18
6.1.2	Oxidación de arsénico (III) a arsénico (V)	18
6.1.3	Tratamiento previo de antimonio	18
6.1.4	Reducción previa de selenio	18
6.1.5	Reducción previa de telurio	19
6.1.6	Reducción previa de bismuto.....	19
6.1.7	Preparación de la muestra para mercurio	19
6.2	Determinación de varios elementos de una solución de muestra	19
7	Mantenimiento y cuidado	20
7.1	Renovar el recorrido de la manguera	20
7.2	Limpiar la cámara de pulverización	20
8	Eliminación de errores	21
9	Datos técnicos	22

1 Generalidades

1.1 Indicaciones sobre el manual de usuario

El sistema de hidruro/Hg HS PQ Pro está pensado para ser utilizado por personal cualificado que respete este manual de usuario.

El manual de usuario informa sobre el montaje y funcionamiento del HS PQ Pro y proporciona al personal de servicio familiarizado con la analítica los conocimientos necesarios para manejar este equipo y sus componentes de forma segura. El manual de usuario ofrece, además, indicaciones para el mantenimiento y cuidado del equipo y presenta las posibles causas y soluciones en caso de averías.

Normas

Las **instrucciones de manejo** están enumeradas cronológicamente, recopiladas en unidades y previstas con el resultado correspondiente.

Las **indicaciones de seguridad** están representadas con pictogramas y una palabra clave. Se indican el tipo y la fuente de peligro, sus consecuencias y cómo evitarlo.

Los elementos del programa de control y evaluación ASpect PQ están representados de la siguiente manera:

- Todos los puntos del menú, las denominaciones de ventanas, los botones, etc., se presentan en versalita (p. ej., FILE).
- Los botones están señalados con corchetes (p. ej., [OK]).
- Los puntos del menú de una secuencia de comandos están separados por una flecha (p. ej., FILE ► OPEN).

Símbolos y palabras clave utilizados

En el presente manual se utilizan los símbolos y las palabras clave siguientes para la indicación de peligros y/o indicaciones. Las indicaciones de seguridad se encuentran siempre delante de una acción.



ADVERTENCIA

Avisa de una posible situación peligrosa. Si no se evita, puede provocar lesiones graves o incluso mortales.

1.2 Uso previsto

El HS PQ Pro sólo puede utilizarse en conexión con un ICP-OES de Analytik Jena. Las divergencias del uso previsto descrito en este documento resultarán en restricciones del derecho de garantía y de la responsabilidad del fabricante en el caso de un siniestro.

Si no se observan las instrucciones de seguridad al manejar el HS PQ Pro, esto se considerará una divergencia del uso previsto. Las instrucciones de seguridad aparecen en el mismo equipo, en el apartado " y en la descripción de los pasos de trabajo correspondientes.

1.3 Garantía y responsabilidad

La duración de la garantía y la responsabilidad corresponden a las directrices legales y normas establecidas en las condiciones generales de uso de Analytik Jena AG.

Cualquier uso que difiera del modo de utilización descrito en este manual de usuario supone, en caso de daños, una limitación de la garantía y la responsabilidad. La garantía no cubre los daños que se produzcan por desgaste o rotura de vidrios.

Los derechos de garantía y responsabilidad por daños personales o materiales quedan excluidos si son ocasionados por una o varias de estas acciones:

- Uso no acorde al previsto del HS PQ Pro
- Puesta en marcha, manejo y mantenimiento inadecuados del HS PQ Pro
- Modificaciones en el HS PQ Pro sin el previo consentimiento de Analytik Jena AG
- Supervisión deficiente de las piezas del dispositivo que están expuestas a desgaste
- Utilización de piezas de repuesto, piezas de desgaste o consumibles no originales
- Errores provocados por la inobservancia de este manual

2 Indicaciones de seguridad

2.1 Indicaciones generales

Para su propia seguridad y para garantizar un funcionamiento seguro y sin averías del equipo, lea cuidadosamente este capítulo antes de la puesta en marcha del HS PQ Pro.

Siga las indicaciones de seguridad presentadas en este manual, así como los mensajes y avisos que se muestran en la pantalla procedentes del software de control y evaluación.

Además de las indicaciones de seguridad de este manual y de las disposiciones de seguridad locales aplicables para el funcionamiento del aparato, también deben tenerse en cuenta las prescripciones para la prevención de accidentes, las prescripciones para la seguridad laboral y la protección del medio ambiente.

Las indicaciones sobre posibles peligros no sustituyen el reglamento de seguridad profesional que se tiene que observar.

¡Debe tomar en cuenta dichas indicaciones (p. ej., indicaciones sobre el manejo de las sustancias químicas utilizadas) en combinación con las indicaciones de este manual!

2.2 Exigencia del personal

El equipo sólo debe ser utilizado por personal técnico cualificado que haya sido instruido en el manejo del dispositivo. La instrucción debe incluir también la transmisión del contenido de este manual y de los manuales de los componentes del sistema conectados.

Además de las indicaciones de seguridad de este manual, es necesario considerar y respetar las disposiciones generales de seguridad y prevención de accidentes vigentes del país donde se utilice. El estado actual de la normativa debe verificarlo la entidad explotadora.

El manual de usuario debe estar accesible para el personal de mantenimiento y aplicación.

2.3 Indicaciones de seguridad en el transporte

Observe las siguientes indicaciones:

- Antes del transporte, el HS PQ Pro y sus mangueras de bombeo y dosificación deben ser enjuagadas con agua destilada y vaciarse completamente para evitar el goteo de solución reductora o ácido. Las soluciones son agresivas y atacan la vestimenta.
- El HS PQ Pro sólo debe ser enviado en su embalaje original.

2.4 Indicaciones de seguridad para el funcionamiento

2.4.1 Generalidades

Observe las siguientes indicaciones:

- El usuario del HS PQ Pro está obligado a cerciorarse del estado reglamentario del equipo antes de cada puesta en funcionamiento.

Antes de la utilización deben comprobarse las mangueras. Las mangueras de bombeo deben ser sustituidas si han perdido su elasticidad o si muestran gran desgaste. Las mangueras para el traslado de muestras y del agente reductor deben ser sustituidas si se han producido depósitos.

2.4.2 Manejo de muestras y reactivos

La entidad explotadora se responsabiliza de la selección de las sustancias utilizadas en el proceso, al igual que de un manejo seguro de estas. Esto atañe, en especial, a sustancias radioactivas, infecciosas, venenosas, corrosivas, inflamables, explosivas o peligrosas de cualquier manera.

Al manejar sustancias peligrosas, hay que respetar la normativa local vigente sobre seguridad y las normas establecidas en las hojas de datos de seguridad de la CE del fabricante de los materiales auxiliares y de trabajo.

Al trabajar con el HS PQ Pro se utilizan las siguientes sustancias químicas como agentes reductores o en la preparación de muestras:

- Borohidruro de sodio
- Hidróxido de sodio
- Ácido clorhídrico
- Ácido nítrico
- Mezcla bromuro/bromato

El borohidruro de sodio (NaBH_4) y el hidróxido de sodio son muy corrosivos, higroscópicos y, en solución, extremadamente agresivos. El ácido clorhídrico concentrado (HCl, 37 %) es altamente corrosivo. El ácido nítrico concentrado (HNO_3 , 65 %) es corrosivo y oxidante. Las mezclas bromuro/bromato son cancerígenas. Al tratar y eliminar estas sustancias peligrosas se ha de actuar con mucho cuidado.

Al tratar con las sustancias antes mencionadas utilice equipamiento de seguridad corporal adecuado (gafas protectoras, guantes de protección, ropa de protección).

¡Peligro de reacción de oxihidrógeno!

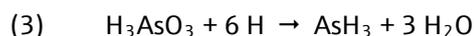
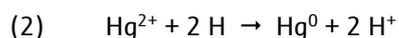
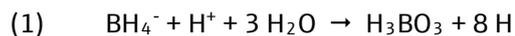
Al reaccionar el borohidruro de sodio con los ácidos se libera hidrógeno. Puede producirse una reacción de oxihidrógeno. ¡No tirar nunca borohidruro de sodio en el recipiente de residuos para ácidos!

Eliminación del borohidruro de sodio

3 Descripción técnica

3.1 Principio de funcionamiento

La muestra acidulada es mezclada con un agente reductor (habitualmente borohidruro de sodio). De esta manera se reduce el mercurio a vapor de mercurio atómico, mientras que el arsénico, antimonio, selenio, bismuto y telurio forman hidruros volátiles.



La formación de los hidruros del elemento depende esencialmente de los niveles de oxidación de los elementos del análisis objetos de la medición. Por este motivo, es obligatorio que los elementos del análisis estén presentes en estándares y muestras con un nivel de oxidación uniforme. Un nivel de oxidación más bajo provoca en cada caso una mayor sensibilidad de medición. Por ello, antes de la medición las muestras y los patrones deben ser reducidos previamente para la formación del nivel de oxidación inferior o ser oxidados, si se desea una medición en un nivel de oxidación alto.

3.2 Estructura del HS PQ Pro

El HS PQ Pro es un sistema de hidruro para la determinación específica de elementos de hidruro con máxima capacidad de detección. El HS PQ Pro está compuesto por los siguientes componentes

- Unidad base
- Set de mangueras
- Cámara de pulverización

Unidad base

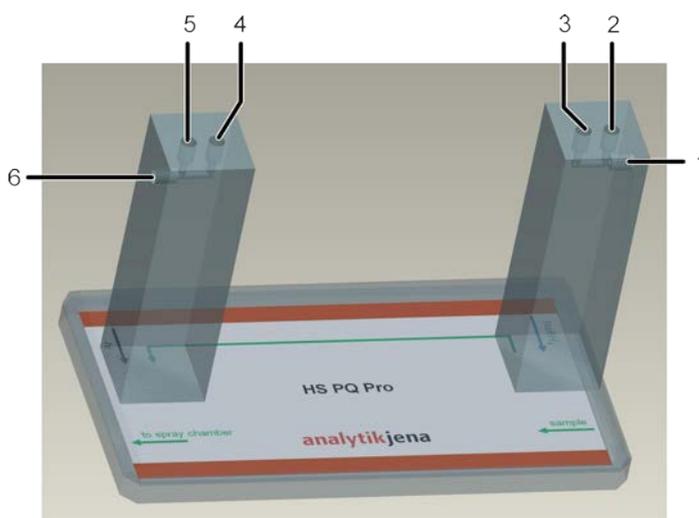


Fig. 1 unidad base del HS PQ Pro con bloques de mezcla

- | | | | |
|---|---|---|--|
| 1 | Alimentación de muestras "sample" | 4 | Conexión del bucle de reactor |
| 2 | Alimentación del agente reductor "NaBH ₄ " | 5 | Conexión argón "Ar" |
| 3 | Conexión del bucle de reactor | 6 | Salida a la cámara de pulverización "to spray chamber" |

La unidad base del HS PQ Pro contiene los dos bloques de mezcla. Las muestras aciduladas y el agente reductor se bombean al primer bloque de mezcla y allí son mezclados. En el bucle de reactor siguiente se reduce la prueba y se libera hidruro de metal gaseoso o vapor de mercurio atómico.

En el segundo bloque de mezcla se aplica argón a la mezcla de gas/líquido y con ello se traslada a la cámara de pulverización.

En la base de la unidad base se encuentra el esquema de circulación para la conexión del set de mangueras.

Sistema de mangueras

El sistema de mangueras contiene las siguientes mangueras

- Mangueras para la alimentación de muestras y agente reductor
- Bucles de reactor con longitudes de 200 y 800 mm
- Adaptador de la manguera de argón con válvula de retención
- Entrada hacia la cámara de pulverización
- Adaptador y manguera de conexión para residuos
- Mangueras de bombeo (negro - negro para la introducción de muestras y del agente reductor; violeta - naranja para residuos)

Cámara de pulverización

En el HS PQ Pro se utiliza una cámara de pulverización ciclónica con un volumen de 20 mL. En la cámara de pulverización se separa la mezcla de gas/líquido. El gas de medición con los hidruros volátiles o el mercurio atómico es transferido al plasma, mientras que el líquido es bombeado al recipiente de desechos.



Fig. 2 Cámara de pulverización ciclónica de 20 mL

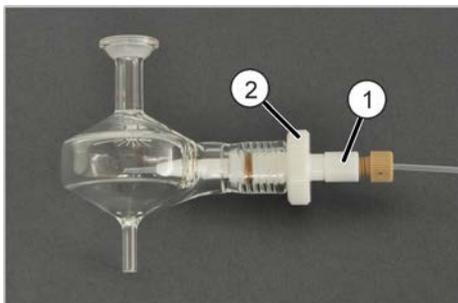
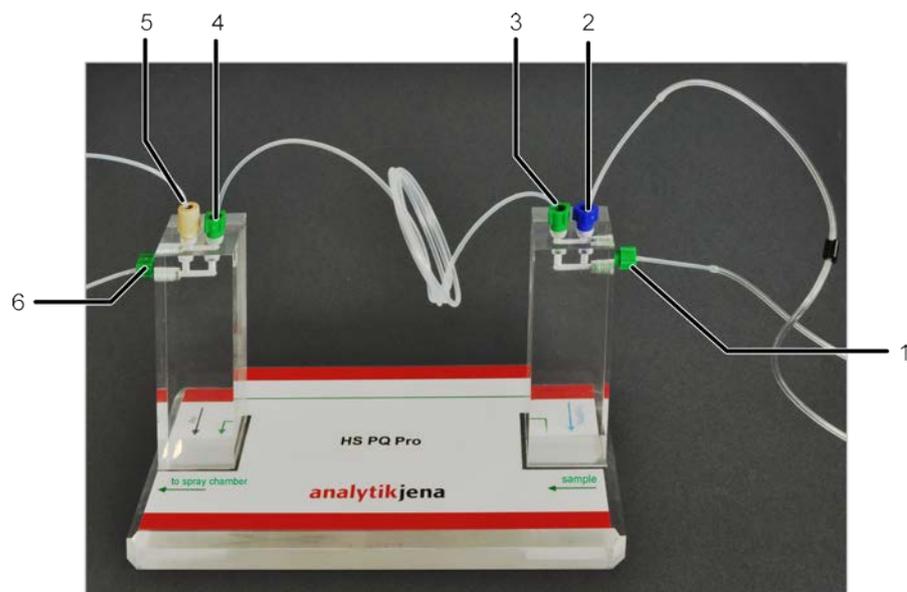
3.3 Placa de identificación

La placa de identificación se encuentra en la parte inferior del trípode y contiene la siguiente información:

- Dirección del fabricante
- Denominación del tipo de equipo
- Número de serie
- Marcado CE
- Advertencia de la observancia del manual de instrucciones durante el funcionamiento
- Información de eliminación (No tirar a la basura doméstica.)
- Año de fabricación

4 Instalación del HS PQ Pro

1. Enroscar el set de mangueras en la unidad base. Conexiones en la unidad base, ver esquema de circulación en la unidad base:
 - Enroscar la manguera de aspiración de muestra (1) en el primer bloque de mezcla. Conectar con manguera de bombeo (negro - negro) y capilar de muestra.
 - Enroscar la manguera de aspiración de agente reductor (2) (conector azul) en el primer bloque de mezcla. Conectar con manguera de bombeo (negro - negro) y capilar de agente reductor.
 - Enroscar el bucle de reactor (3 y 4) en las conexiones de ambos bloques de mezcla.
 - Enroscar la manguera de conexión de argón (5) con válvula de retención en el segundo bloque de mezcla.
 - Enroscar la entrada a la cámara de pulverización con inyector (6) en el segundo bloque de mezcla.



2. Insertar el inyector (1) hasta el tope en la cámara de pulverización y apretar a mano el tornillo de plástico en la cámara de pulverización (2).



3. Fijar la manguera para residuos a la cámara de pulverización. Fijar la manguera de residuos con el adaptador a la manguera de bombeo (violeta - naranja). Fijar la manguera más gruesa al otro lado de la manguera de bombeo e introducirla en el recipiente de residuos.

4. Colocar la unidad base del HS PQ Pro en el compartimento de muestras del PlasmaQuant PQ 9000.
5. Fijar la cámara de pulverización con la pinza de horquilla a la antorcha del PlasmaQuant PQ 9000.
6. Tensar las mangueras de bombeo para muestra, agente reductor y residuos en la bomba de manguera del PlasmaQuant PQ 9000. ¡Tener en cuenta la dirección de bombeo al hacerlo!
7. Conectar la conexión de argón del PlasmaQuant PQ 9000 a la manguera de conexión de argón.
 - ✓ Así queda instalado el HS PQ Pro.

Antes de comenzar a trabajar, compruebe la estanqueidad del sistema (véase sección "Comprobación de la estanqueidad del sistema" pág. 16).

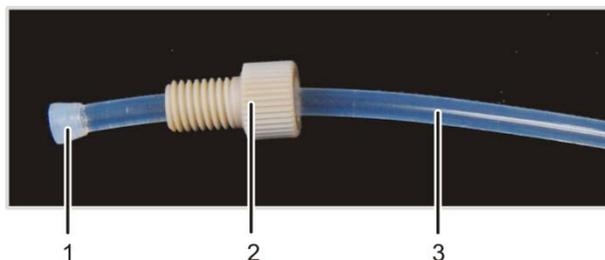
Indicaciones para la instalación

Para garantizar la estanqueidad del sistema, los anillos obturadores deben estar colocados correctamente en los extremos de las mangueras antes de los conectores roscados.



Fig. 3 Anillos obturadores en el extremo de manguera de un conector roscado

En la conexión de argón en el bloque de mezcla, una férula aísla la conexión en la conexión roscada. El lado cónico de la férula debe estar dirigido hacia el perno hueco.



- 1 Férula
- 2 Perno hueco
- 3 Manguera

Fig. 4 Posición de la férula en la conexión de argón del bloque de mezcla

5 Manejo

5.1 Preparación de reactivos y muestras



ADVERTENCIA

¡Peligro de reacción de oxihidrógeno!

Al reaccionar el borohidruro de sodio con el ácido se libera hidrógeno. Puede producirse una reacción de oxihidrógeno. ¡No tirar nunca borohidruro de sodio en el recipiente de residuos para ácidos!



ADVERTENCIA

Al tratar con las sustancias químicas a utilizar es necesario llevar, por regla general, gafas, guantes y ropa de protección. Observar las indicaciones de seguridad en las etiquetas.

Agente reductor: 0,3 %
NaBH₄ / 0,1 % NaOH

Al comenzar con los análisis ponga a disposición el agente reductor y la solución de lavado y prepare las muestras.

- Pesar 3 g NaBH₄ y 1 g NaOH en el recipiente del agente reductor. Rellenar con 1 l de agua desmineralizada.
 - ✓ La solución lista para usar puede conservarse a temperatura ambiente durante aprox. 12 horas.
- Alternativa:
Pesar 30 g NaBH₄ y 10 g NaOH en un matraz graduado de 1000 mL. Rellenar con 1 l de agua desmineralizada. Diluir a la concentración final (1:10) el día en que se haga la medición.
 - ✓ La solución concentrada puede conservarse a 4 ± 3 °C durante aprox. 7 días.

Muestras

- Determinación de componentes de hidruro:
Las muestras deben contener al menos 3% de HCl. Reducir las muestras previamente, dependiendo del elemento del análisis.
- Determinación de mercurio:
Mezclar las muestras adicionalmente con HCl, HNO₃ o una mezcla de bromuro/bromato.

Sobre la preparación de las muestras véase la sección "Preparación de muestras y estándares" pág. 18.

Solución de lavado

- Mezclar 1 l de agua desmineralizada con 5 mL de HNO₃ y 15 mL de HCl

5.2 Realización de la medición

5.2.1 Elaboración de métodos para la determinación con el HS PQ Pro

1. Encender el dispositivo ICP OES e iniciar el programa ASpect PQ.
2. Elaborar un nuevo método y elegir las longitudes de onda de análisis.

Nota:

No todas las combinaciones de elementos pueden ser medidas simultáneamente en un método (véase la sección "Determinación de varios elementos de una solución de muestra" pág. 19).

Se recomiendan las siguientes longitudes de onda de análisis:

Elemento	Longitudes de onda de análisis
Se	196.0280 nm
As	193.6980 nm
Sb	217.5810 nm
Te	214.2814 nm
Bi	223.0608 nm
Hg	253.6519 nm

- ✓ Los ajustes estándar son cargados en el método.

3. Para el análisis con la tecnología de hidruro realizar los ajustes que se muestran más abajo en los parámetros de métodos.
4. Almacenar el método con un nombre individualizado.
 - ✓ El método puede ser utilizado para los análisis subsiguientes.

Ajustes de método para el uso del sistema de hidruro

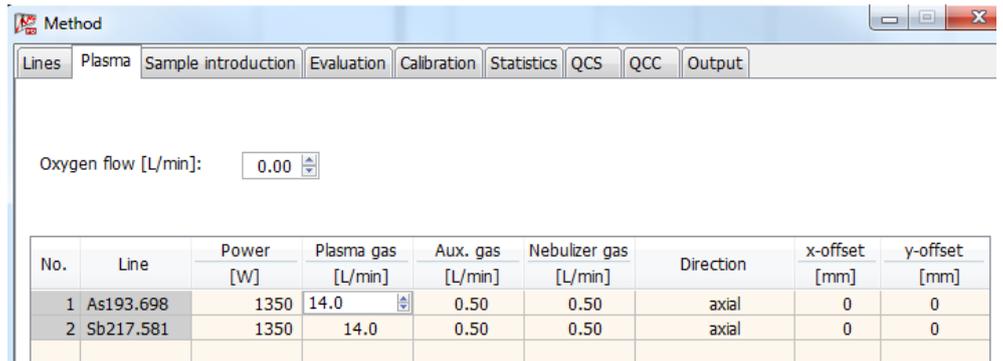
■ Ventana de método LINIES:

Parámetros	Ajuste
AUTOINTEGR. RANGE	PEAK
READ TIME	10 s

No.	Elem.	Wavel. [nm]	Line	Type	Principal line	Read time [s]	Autointegr. Range	Order
1	As	193.6980	As193.698	Analyte		10.0	Peak	1
2	Sb	217.5810	Sb217.581	Analyte		10.0	Peak	2

■ Ventana de método PLASMA:

Parámetros	Ajuste
POWER	1350 W
PLASMA GAS	14 L/h

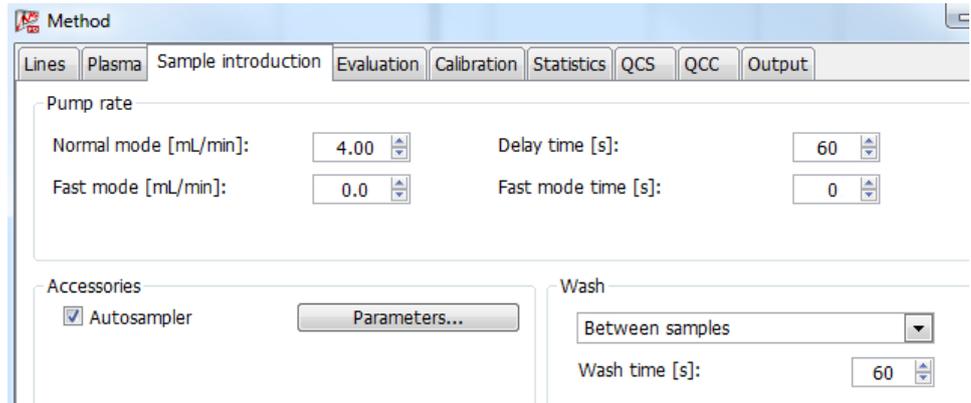


■ Ventana de método ALIMENTACIÓN DE MUESTRAS

Parámetros	Ajuste
NORMAL MODE [mL/min]	4
FAST MODE [mL/min]	0
DELAY TIME [s]	40 – 70
WASH TIME [s]	40 – 70

Nota:

Los tiempos de retardo y de lavado dependerán del analito correspondiente, de si se utiliza el bucle de reactor largo o corto y del uso del cargador de muestras.



■ Ventana de método CALIBRATION

Introducir las concentraciones estándar a medir.

Calibration Table						
Number of standards						
Calib-Zero standards: 1						
Calibration standards: 4						
Name	Unit	Cal-Zero1	Cal-Std1	Cal-Std2	Cal-Std3	Cal-Std4
Position		101	102	103	104	105
Stock						
Dil.fac.						
Recal.						
As193.698	µg/L	0	2.5	5	7.5	10
Sb217.581	µg/L	0	2.5	5	7.5	10

■ Ventana de método QCS

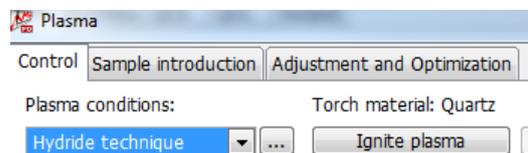
Introducir los estándares de control y las tasas de recuperación.

5.2.2 Ajustes de las condiciones de encendido de plasma

ASpect PQ versiones
1.2.1 y superiores

En las versiones de programa de ASpect PQ 1.2.1 y superiores, ya se encuentran almacenadas las condiciones de plasma optimizadas para la técnica de hidruro.

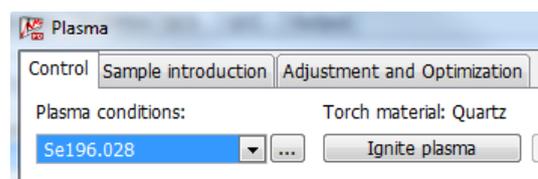
- En la ventana PLASMA / CONTROL, en la lista PLASMA CONDITIONS elegir la opción HYDRIDE TECHNIQUE.



Versiones de ASpect PQ
inferiores a la 1.2.1

En las versiones de ASpect PQ con un número de versión inferior a 1.2.1 deben almacenarse manualmente las condiciones de encendido:

1. Abrir el método de hidruro almacenado.
2. Abrir la ventana PLASMA.
3. En la ventana PLASMA / CONTROL, en la lista PLASMA CONDITIONS elegir una de las líneas del método.



- ✓ Los ajustes de método para el plasma serán importados en la ventana PLASMA.
4. Junto a la lista PLASMA CONDITIONS hacer clic en [...].
 5. Elegir la opción SAVE CURRENT PLASMA PARAMETRERS e introducir el nombre "Hydride technique" para las condiciones de encendido.
 - ✓ Los ajustes almacenados en el método serán guardados como condiciones de encendido.

En los trabajos posteriores con el HS PQ Pro usted podrá cargar esos ajustes para encendido de plasma en la ventana PLASMA / CONTROL, en la lista PLASMA CONDITIONS.

5.2.3 Comprobación de la estanqueidad del sistema y encender el plasma

Es necesario comprobar la estanqueidad del HS PQ Pro instalado antes de encender el plasma.

1. Sumergir el capilar de agente reductor y la manguera de aspiración de muestras con capilar de aspiración manual en agua desmineralizada.
2. Abrir la ventana PLASMA.
3. En la pestaña CONTROL, en la lista PLASMA CONDITIONS, elegir las condiciones de encendido HYDRIDE TECHNIQUES para el HS PQ Pro (véase también la sección "Ajustes de las condiciones de encendido de plasma" pág. 16).
4. Iniciar el flujo de gas en el plasma mediante [SET].
 - ✓ Con ello se genera una contrapresión a la cantidad de agua transportada y el oxígeno residual es expulsado del sistema.

5. En la pestaña SAMPLE INTRODUCTION, ajustar el valor a 4 mL/min para el parámetro PUMP RATE.
6. Iniciar la bomba mediante [SET].
7. Comprobar la formación de burbujas en el sistema de mangueras.
En el sistema de mangueras, incluyendo el bucle de reactor, no deben formarse burbujas de aire. Tan sólo en la manguera de traslado hacia la cámara de pulverización pueden observarse burbujas de gas.
8. Reparar las fugas en el sistema. Comprobar la correcta posición de las juntas en las uniones de las mangueras.
9. Sumergir la cánula de aspiración de agente reductor en la solución de NaBH_4 .
10. Encender el plasma.
11. Esperar unos 3 min. y luego iniciar el análisis.

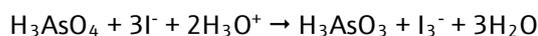
6 Indicaciones para la aplicación

6.1 Preparación de muestras y estándares

6.1.1 Reducción de arsénico (V) a arsénico (III)

Para agua potable y agua superficial

- Mezclar 5 mL de muestra con 5 mL de HCl concentrado.
- Agregar 1 mL de agente reductor (5% yoduro de potasio / 5% ácido ascórbico) dejar reposar la mezcla durante al menos 45 min. a temperatura ambiente.
- Rellenar la solución hasta alcanzar un volumen uniforme (p. ej., 50 mL).



Para soluciones de digestión que contienen un excedente de ácidos oxidantes, debe agregarse cloruro de hidroxilamonio o ácido sulfámico antes de la reducción.

6.1.2 Oxidación de arsénico (III) a arsénico (V)

Para la medición de arsénico (V), las muestras y los estándares deben oxidarse antes de la medición con HNO_3 .

Para agua potable y agua superficial

- Mezclar 5 mL de muestra con 1 mL de HNO_3 concentrado.
- Calentar ligeramente la mezcla y dejar reposar durante 30 min.
- Seguidamente, agregar 5 mL de HCl concentrado.
- Rellenar la solución hasta los 20 mL.

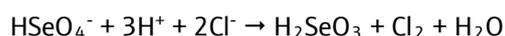
6.1.3 Tratamiento previo de antimonio

La reducción y la oxidación de muestras para la determinación de antimonio se corresponden con los tratamientos previos para la determinación de arsénico.

6.1.4 Reducción previa de selenio

Como el selenio (VI) no genera hidruros volátiles, el elemento para la determinación debe estar presente en forma cudivalente. Esto se logra mediante el calentamiento con ácido clorhídrico semiconcentrado.

- Mezclar 5 mL de muestra con 5 mL de HCl concentrado y calentar a 90 °C durante 45 min. en un recipiente cerrado.
- Dependiendo de la matriz de muestra puede ser necesario evitar una reacción inversa debido al cloro mediante la adición de algo de ácido sulfámico.



6.1.5 Reducción previa de telurio

La reducción previa de telurio se corresponde con la reducción previa para la determinación de selenio.

6.1.6 Reducción previa de bismuto

El bismuto está presente en soluciones de ácido clorhídrico en forma trivalente. Por ello, no es necesaria una reducción previa adicional de las soluciones.

6.1.7 Preparación de la muestra para mercurio

El mercurio (I) tiende a desproporcionarse. El mercurio atómico formado de esta manera se evapora fácilmente. Por ello, para este elemento es necesario mezclar las muestras y los estándares con agentes oxidantes para mantener el elemento en forma bivalente. Según la aplicación hay disponibles diversos métodos DIN para tal fin.

DIN 16772

- Estabilizar 100 mL de muestra con 2,1 mL de HCl y 0,7 mL de HNO₃.

DIN EN 13506

- Mezclar 30 – 40 mL de muestra con 2,5 mL de HCl conc. y 1 mL de reactivo KBr-KBrO₃ (595 mg KBr / 139 mg KBrO₃ en 50 mL de agua desmineralizada).
- Dejar reposar durante al menos 30 min. a temperatura ambiente.
- Agregar 50 µL NH₂OH*Cl (12%) (cloruro de hidroxilamonio).
- Rellenar con agua desmineralizada hasta alcanzar 50 mL.

6.2 Determinación de varios elementos de una solución de muestra

Debido a la similitud o coincidencia del tratamiento previo de muestra, existe la posibilidad de determinar varios elementos a partir de una solución de muestra, como por ejemplo As III y Sb III. No obstante, también es posible medir esos elementos con una sensibilidad un poco más baja en el nivel de oxidación más alto y combinar con la determinación de selenio.

Ejemplos

Combinación de analitos	Tratamiento previo de muestra	Bucle de reactor
Se IV, Te IV, Bi III	Véase el capítulo 6.1.3 - 6.1.5	corto
As III, Sb III	Véase el capítulo 6.1.1 - 6.1.2	corto
Sb V, As V, Se IV, Te IV	Oxidar la muestra con HNO ₃ (6.1.2), seguidamente mezclar 1:1 con HCl conc. y reducir selenio, tal como se describe en el capítulo 6.1.3.	largo

7 Mantenimiento y cuidado

7.1 Renovar el recorrido de la manguera

Si el recorrido de la manguera del HS PQ Pro está contaminado y el proceso de lavado más largo con solución reductora y ácidos no consiguen reducir los blancos, deben cambiarse las siguientes mangueras incl. las mangueras de bombeo correspondientes:

- Manguera de aspiración muestra
 - Bucle de reactor
 - Transferencia a la cámara de mezcla
1. Desenroscar la manguera del bloque de mezcla.
 2. Enroscar la nueva manguera con perno hueco en el bloque de mezcla. Comprobar la posición correcta de las juntas.
 3. Aflojar las tuerca de plástico en la cámara de pulverización y extraer el inyector.
 4. Introducir el nuevo inyector hasta el tope en la cámara de pulverización y apretar manualmente el tornillo de plástico.

Véase la sección "Instalación del HS PQ Pro" pág. 11.

7.2 Limpiar la cámara de pulverización

Eliminar los sedimentos en la cámara de pulverización mediante la limpieza, en primer lugar. Si no se tiene éxito, cambiar la cámara de pulverización.



ADVERTENCIA

La solución de limpieza (ácido clorhídrico concentrado) es altamente corrosiva. Los vapores pueden irritar las vías respiratorias. Trabajar debajo de la campana extractora y llevar guantes, ropa y gafas de protección.

1. Abrir la pinza de horquilla en la antorcha y retirar la cámara de pulverización.
2. Retirar la conexión de la manguera de residuos del soporte.
3. Aflojar ligeramente la tuerca de plástico de la cámara de pulverización y extraer el inyector de la cámara de pulverización.
4. Limpiar la cámara de pulverización con ácido clorhídrico concentrado (37%). Dejar actuar el ácido durante unas horas.
5. Posteriormente, lavar la cámara de pulverización con agua destilada.
6. Volver a colocar la cámara de pulverización limpia, o la nueva (véase la sección "Instalación del HS PQ Pro" pág. 11).

8 Eliminación de errores

Problema	Posible causa	Acción
Sensibilidad de medición mala o sin señal	El agente reductor no es fresco o ya está descompuesto	Preparar agente reductor fresco
	El analito no se encuentra en el nivel de oxidación correcto	Reducir previamente la muestra y el estándar según las indicaciones
	La ventana de cono axial no está limpia	Desmontar y limpiar la ventana del PlasmaQuant PQ 9000
Mala reproducibilidad (RSD)	El bombeo de la solución de desecho se produce de manera no uniforme	Optimizar la presión de la manguera de bombeo, cambiar la manguera de bombeo, si es necesario (véase manual PlasmaQuant PQ 9000)
Mala recuperación de un estándar adicionado	Diferencia en la cinética de liberación del hidruro volátil	Ajuste de las cantidades de ácidos en muestras y soluciones estándar
Función de calibración no lineal a pesar de valores de medición bajos / función de calibración curvada	Contaminación por arrastre del analito	Aumentar los tiempos de lavado y retardo

9 Datos técnicos

Denominación/Tipo	HS PQ Pro / sistema de mercurio/hidruro para ICP OES
Medidas de la unidad base (An x Al x Pr)	aprox. 180 x 100 x 120 mm
Peso de la unidad base	aprox. 500 g
Material de la unidad base	PMMA
Bucle de reactor corto	200 mm
Bucle de reactor largo	800 mm
Cámara de pulverización	Cámara de pulverización ciclónica con volumen de 20 mL