

analytikjena

solid AA[®]

Directa. Rápida. Fácil.



EAA directa de sólidos



Innovación inteligente para una analítica rápida y precisa

Mientras que los métodos clásicos de la analítica elemental pueden procesar exclusivamente muestras líquidas, y por lo cual las muestras de sustancias sólidas tienen que ser preparadas de una manera muy laboriosa, la empresa Analytik Jena ofrece una interesante alternativa con la tecnología solid AA[®]: la EAA directa de sólidos.

Muestras sólidas en forma de polvo, granulados y fibras, pero también materiales pastosos como cremas, lodos o aceites viscosos pueden ser analizados en la mayoría de los casos directamente en el tubo de grafito sin ninguna necesidad de preparar las muestras. Muestras heterogéneas son trituradas y homogeneizadas antes del análisis.

La cantidad típica de una muestra se encuentra en la mayoría de los casos entre 100 µg y 10 mg; el peso realmente utilizado depende de la matriz de la muestra y de las concentraciones a determinar. La muestra es pesada sobre un portamuestras y luego transportada al interior del tubo de grafito. Después del análisis se puede volver a utilizar el portamuestras.

La descomposición de la matriz de muestras mediante una digestión con ácido es sustituida en el análisis directo de sólidos por el programa de temperatura del horno de grafito. En combinación con una corrección de fondo eficiente es posible determinar sin dificultad y de manera precisa casi todos los elementos contenidos en una gran variedad de materiales. Como la tecnología de tubo de grafito sólo está sujeta a muy pocas interferencias ocasionadas por la matriz de muestras, en la mayoría de los casos se pueden utilizar incluso soluciones patrón para la calibración. Una calibración con materiales de referencia sólidos, que son caros y frecuentemente no están disponibles en la composición adecuada, por lo general no es necesaria.

Los sistemas de tubo de grafito de Analytik Jena se dejan transformar en pocos minutos del análisis de líquidos al análisis de sólidos – de este modo ambas tecnologías se pueden utilizar sin ninguna restricción. Todas las funciones están integradas en el software de manejo, por lo que no se necesitan módulos adicionales. Unas rutinas simples controladas por software facilitan el ajuste de los cargadores de muestras y garantizan una alimentación de muestras fiable.

solid AA® – rápida, precisa, fácil

Si las muestras se analizan directamente, el trabajo y tiempo invertido para la preparación de las muestras es reducido a un mínimo. Aparte del ahorro de tiempo también hay otras ventajas que mencionar:

Análisis de la muestra original

Con la tecnología solid AA® sus muestras se pueden analizar sin adición de otros reactivos. De este modo se reduce considerablemente el riesgo de contaminar las muestras mediante valores blancos. También se excluyen errores de dilución o pérdidas de analito durante la preparación y el almacenamiento de las muestras.

Amplio rango de medición

La dilución, la cual básicamente siempre se produce al efectuar una digestión, es suprimida al aplicarse la tecnología solid AA®. Así, un aumento de la sensibilidad de medición relativa por el factor 10 (como mínimo) es posible sin ningún problema en comparación a la analítica por disolución. Pero también concentraciones más elevadas (hasta en el rango de porcentajes) se pueden determinar con gran precisión.

Análisis de cantidades de muestra diminutas

En el campo de aplicación clínico y biológico frecuentemente sólo se dispone de cantidades de muestra muy reducidas. Como el método solid AA® es un micrométodo, un peso neto de aprox. 50 µg es suficiente para la determinación de elementos, así que también para esa clase de aplicaciones se pueden realizar mediciones precisas. También para el análisis de la distribución de elementos en una muestra esto es de gran ventaja, porque las muestras a analizar se pueden tomar concretamente con una resolución local elevada y porque se pueden detectar inhomogeneidades.

Renuncia al uso de reactivos dañinos

Como el análisis mediante aplicación de la tecnología solid AA® por lo general se efectúa sin adición de reactivos, no solamente se ahorran gastos. También la utilización de reactivos de digestión contaminantes y nocivos para la salud, que frecuentemente son necesarios para la descomposición de muestras refractarias, es suprimida; los residuos químicos son minimizados.

Manejo fácil

Materiales pastosos y pegajosos, que son difíciles de dosificar, simplemente se colocan sobre el portamuestras y se pesan directamente. De esta manera se evitan pesajes erróneos debido a adhesiones en la navicilla de pesaje. Gracias al alto grado de automatización de la tecnología solid AA®, el manejo de las muestras como fuente de error queda prácticamente excluido.

Resultados rápidos

Con la tecnología solid AA® muchas muestras se pueden analizar directamente sin necesidad de una preparación. De esta manera los resultados del análisis ya están disponibles después de pocos minutos. La supervisión de entradas y del proceso de producción se efectúa a corto plazo; tiempos de espera, como los que se producen a través de la preparación clásica de muestras por mineralización, quedan excluidos.

Tecnología de sólidos

Directa. Rápida. Fácil.

Todos los sistemas de tubo de grafito de Analytik Jena se pueden equipar con la tecnología solid AA[®]. Tres diferentes sistemas de alimentación de muestras están disponibles:



SSA 6 – cargador manual de muestras sólidas

El cargador manual de muestras sólidas se presta para el análisis esporádico de sustancias sólidas. La muestra se pesa en una microbalanza separada y se transporta luego al interior del tubo de grafito con ayuda del cargador de muestras. Después del análisis el portamuestras está inmediatamente disponible para la siguiente muestra.



SSA 600 – cargador completamente automático de muestras sólidas

Un cargador de muestras completamente automático para el análisis automatizado de hasta 84 muestras. Usted solamente tiene que dosificar las muestras sobre los portamuestras. El pesaje en la microbalanza integrada con una precisión de 1 µg así como el transporte al interior del tubo de grafito y de vuelta al plato de muestras son realizados por el cargador de muestras de manera completamente automática y sin necesidad de supervisión. Por medio de las teclas en el cargador de muestras se dejan controlar confortablemente la dosificación y el pesaje de las muestras; las masas de las muestras son registradas directamente

por el software. Las rutinas de software adicionales como, por ejemplo, la calcinación y determinación de la tara automáticas de todos los portamuestras facilitan el manejo en las tareas de rutina diarias.



SSA 600L – cargador completamente automático de muestras sólidas con unidad dosificadora de líquidos

Equipado adicionalmente con una unidad dosificadora de líquidos, el SSA 600L ofrece el máximo grado de automatización posible para trabajos de rutina e investigación. No solamente el pesaje y transporte de las muestras es completamente automático. Tam-

bién la calibración con soluciones patrón así como la adición de un modificador son realizadas por el cargador de muestras, así que la cantidad de trabajo del usuario es minimizada.



Características técnicas

Portamuestras

Material	Grafito, pirolíticamente recubierto
Peso	aprox. 90 mg
Capacidad de muestras (sólidos)	máx. 50 mg (depende de la calidad de la muestra)
Capacidad de muestras (líquidos)	máx. 30 μ L
Tamaño (largo x ancho x alto)	14,1 x 4,6 x 2,0 mm

SSA 600

Capacidad de muestras	42 muestras (84 muestras con un plato de muestras doble)
Niveles de velocidad	3
Ajuste	Controlado por software, pasos de 0,1 mm
Microbalanza	1 μ g

SSA 600L (adicionalmente al SSA 600)

Módulo dosificador	Bomba de jeringas de 500 μ L, montada verticalmente
Volumen de dosificación	1 – 30 μ L, ajustable en pasos de 1 μ L
Posiciones	6 x 1,5 mL, 2 x 5 mL, recipiente de lavado

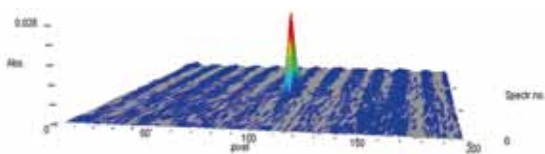
solid AA[®] – para un amplio espectro de aplicación

Analítica de productos alimenticios

La determinación de metales pesados en pescado, carne y embutidos o también en verduras, cereales y leche en polvo son campos de aplicación típicos de la espectrometría atómica. La tecnología solid AA[®] es, por ejemplo, una alternativa interesante al análisis clásico de muestras digeridas para la determinación de cadmio, plomo y arsénico en arroz. Después de la molienda y homogeneización de la muestra representativa, ésta puede ser analizada rápida y directamente. Este proceso posibilita un alto flujo de muestras con menos esfuerzo y, por consiguiente, un control de productos alimenticios completo. También la supervisión de la producción y de materias primas en la industria procesadora de productos alimenticios se puede realizar en breve tiempo con la tecnología solid AA[®].

♥ Programa de temperatura - cadmio en arroz

Etapas	Temp. [°C]	Rampa [°C/s]	Tiempo [s]	Gas
Secado	150	10	15	Argon
Secado	200	10	15	Argon
Oxidación	400	25	10	Argon-O ₂
Oxidación	600	25	15	Argon-O ₂
Purgar	600	0	5	Argon
Pirólisis	800	100	15	Argon
Atomización	2300	1400	3	Stop
Clean-out	2500	500	4	Argon



▲ Espectro de absorción con resolución temporal: Cadmio en una muestra de arroz, imagen tomada con el HR-CS AAS contraAA[®] 700



Ejemplos de aplicación

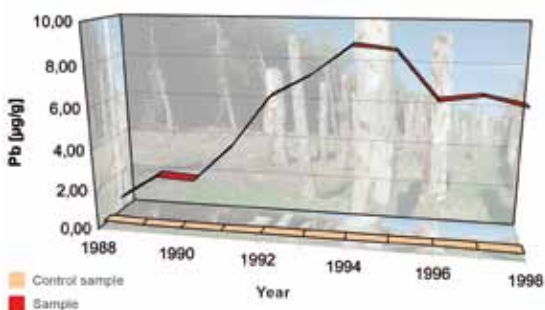
Margarina, grasas, aceites	Fe, Ni
Cereales, verduras, carne	Cd, Pb, Cu, Ni, Zn, Se, Na, Fe
Helado, productos lácteos	Ag
Miel, mermelada	Cd, Pb, Fe, Ni

Analítica medioambiental

Ya sea en suelos o en plantas – aquí también la determinación de metales pesados juega un papel muy importante en los análisis medioambientales. Con solid AA® los usuarios obtienen resultados precisos rápida y fácilmente, y esto incluso en lugares en donde no se dispone de un laboratorio completamente equipado. Muestras de polvo y partículas, por ejemplo, se pueden colocar sobre el portamuestras directamente desde el filtro y luego analizar.

Dentro del marco de un estudio se determinó la distribución de metales pesados en árboles situados cerca de un vertedero de basuras. En este caso se tomaron muestras concretas de algunos anillos anuales y se analizaron respecto a la presencia de diversos elementos característicos. En este estudio se pudo establecer una correlación entre los valores de medición y otros factores relevantes como la precipitación anual y el suministro de determinados desechos.

♥ *Concentración de plomo en madera en un intervalo de tiempo de 10 años
naranja: muestra de control, rojo: muestra*



©iStockphoto®/Jen Sharp Photography

Ejemplos de aplicación

Plantas, tejidos, huesos, piel	Cd, Pb, As, Se, Ni, Cr, Co, Mn
Suelos, sedimentos, cenizas, desechos, polvo	Cd, Pb, Cu, Fe, Mn, Ni, Cr, Sn

solid AA[®] – para un amplio espectro de aplicación

Analítica de productos cosméticos

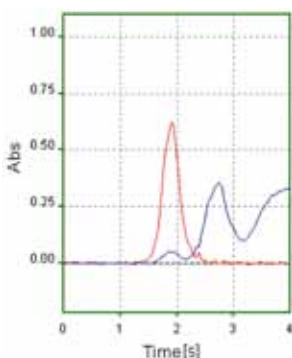
Los productos cosméticos se tienen que analizar regularmente respecto al contenido de metales pesados; también el contenido de componentes de preparación tiene que ser verificado.

Con solid AA[®] estos análisis se pueden realizar prácticamente durante la producción. Como los resultados de medición ya están disponibles en muy breve tiempo, es posible asegurar la calidad de las materias primas ya durante el suministro.

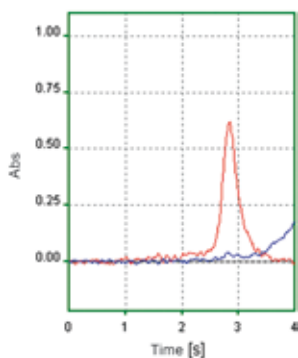
La determinación de plomo, cadmio, arsénico, níquel y otros elementos es parte de la rutina diaria en la elaboración de cosméticos y de sus materias primas, como p.ej. pigmentos. El ejemplo del análisis de pigmentos metálicos y de mica demuestra la gran eficiencia de la tecnología solid AA[®] en este campo de aplicación. Una gran variedad de muestras es tomada de la producción y analizada directamente. Como estas muestras ya están disponibles en forma de polvo y son homogeneizadas durante el proceso de producción, no se requiere ningún otro pretratamiento. También productos acabados como make-up y lápices labiales se pueden analizar rápida y fiablemente con el método de screening. Así solamente se tienen que digerir muestras que excedan un determinado valor límite y caracterizarlas con más exactitud mediante la analítica de disolución.



♥ 5,7 mg/kg de Pb en pigmento de mica



♥ 3,1 mg/kg de Sb en pigmento metálico



rojo = señal específica

azul = señal de fondo

Farmacia

También los productos y las materias primas de la industria farmacéutica se pueden analizar rápida y fiablemente. Aparte de la rápida disponibilidad de los resultados, la sensibilidad de detección, claramente mejor en comparación con el análisis de líquidos, también es un criterio importante. Los análisis en el rango de $\mu\text{g}/\text{kg}$ inferior se pueden realizar sin ningún problema y además se puede garantizar la alta calidad de las muestras, otro criterio importante.

La tecnología solid AA[®] también es muy apropiada para la realización de controles de homogeneidad. Gracias a la cantidad reducida de las muestras es posible detectar la distribución irregular de uno o varios elementos característicos efectuando sólo unas cuantas mediciones repetitivas. El resultado es un proceso de producción optimizado y un aumento de la calidad del producto.

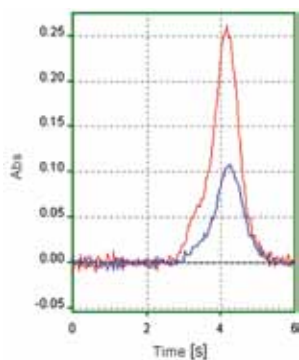


©iStockphoto®/alexskopje

Ejemplos de aplicación

Pigmentos	Cd, Pb, As, Se, Ni, Cr, Hg, Sb
Grasas, ceras	Fe, Ni, Cd, Cr, Pb, Cu
Hierbas	Pb, Cd, As, Fe, Cr
Materias primas farmacéuticas	Pb, Cd, As, Fe, Cr, Cu, Ni
Insulina	Zn

♥ 1,8 mg/kg de Cd en pigmento metálico



rojo = señal específica

azul = señal de fondo

solid AA[®] – para un amplio espectro de aplicación

Metalurgia

Materiales modernos de alto rendimiento como cerámicas, vidrios y aleaciones especiales tienen que satisfacer los más altos requisitos de pureza. Incluso contaminaciones en el rango de mg/kg inferior pueden restringir considerablemente la capacidad del material para las finalidades deseadas. Para ello se requiere un método de análisis altamente sensible y preciso: solid AA[®].

El análisis de determinados elementos traza en aleaciones utilizadas para la construcción de turbinas de aviones es decisivo para verificar la fiabilidad de los componentes. Debido a las extremas fuerzas centrífugas que actúan sobre las palas de las turbinas, ciertos elementos se acumulan en diferentes zonas y pueden provocar allí una fatiga del material. Esta analítica es un reto difícil para muchos métodos de análisis.



©iStockphoto®/walrusmail

Durante la preparación de la muestra se tiene que asegurar que la muestra no sea contaminada por valores blancos de reactivos. La posibilidad de pérdida de elementos a través de adsorción o formación de especies volátiles tiene que estar descartada.

Además, en la mineralización por ácidos la muestra es diluida tanto que el límite de determinación necesario frecuentemente sólo se puede alcanzar con mucha dificultad.

Con ayuda de la tecnología solid AA[®] se analiza la muestra original pura, así que no existe ningún peligro de contaminación. La sensibilidad de medición aumenta, ya que no es necesario diluir las muestras. Con ello se obtienen ventajas valiosas para el análisis de materiales.

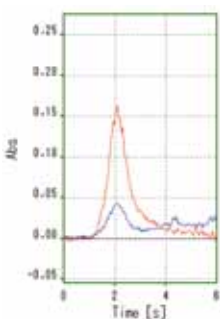
Análisis de materiales

Cerámicas especiales de alta estabilidad, como carburos y óxidos, a menudo son desarrolladas con miras a su estabilidad mecánica y química. Por eso es sumamente difícil mineralizar tales materiales para el análisis de líquidos convencional. Aquí se requieren frecuentemente métodos de digestión de larga duración con mezclas de ácido complejas. Además, el peso de las muestras para tales digestiones es limitado en la mayoría de los casos, por lo cual la sensibilidad de detección frecuentemente no es suficiente para una detección a niveles traza.

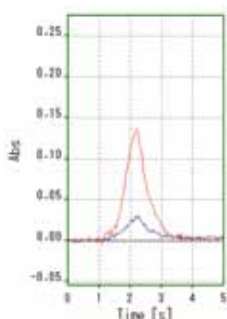
Esto se puede eludir mediante aplicación de la tecnología solid AA[®], ya que en este caso la muestra sólo tiene que ser triturada. Por lo general, la determinación de los elementos traza se efectúa sin ninguna dificultad y con poco esfuerzo. Sin la dilución de la muestra incluso concentraciones muy reducidas se dejan determinar de manera fiable.



©iStockphoto®/hidesy



▲ 57 mg/kg de Cr en SiC (longitud de onda secundaria)
 Rojo = señal de analito
 Azul = señal de fondo



▲ 1,5 mg/kg de Mn en SiC
 Rojo = señal de analito
 Azul = señal de fondo

Ejemplos de aplicación

Plásticos, goma	Cd, Pb, Cr, Cu, Fe, Mn
Productos textiles	Ag, P, Sb, Cd, Pb
Materiales de referencia (homogeneidad)	Cd, Pb, Fe, Zn
Vidrios refractarios, cerámica	Pb, Mg, Na, Cr, Mn, Fe
Aleaciones	Se, Sb, Bi, Cd, Pb
Intercambiador de iones	Pd, Au, Ag, Ni, Co, Zn

solid AA[®] – para un amplio espectro de aplicación

Electrónica

En la industria de semiconductores se utilizan materiales de alta pureza que son dotados especialmente con ciertos elementos para modificar las propiedades del material. Pequeñas contaminaciones ya bastan para inutilizar el material. Por ello, la detección de trazas diminutas de elementos pertenecen a la rutina diaria en la producción de semiconductores, una tarea que requiere máxima sensibilidad de detección y precisión. Con la tecnología solid AA[®] es posible analizar una cantidad de muestra relativamente grande sin tener que diluirla.



© iStockphoto / SunDevilStormin

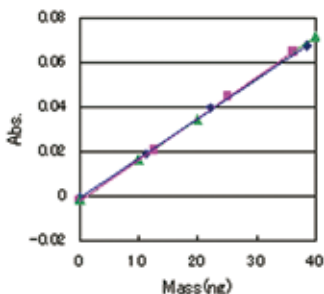
Por ello, la EAA de sólidos es para muchos elementos el método de análisis rutinario con el más alto grado de detección. La EAA es claramente más fácil en el manejo y presenta menos interferencias y menos fuentes de error que los métodos alternativos con una sensibilidad de detección comparable.

Calibración para cadmio en plástico:

Azul: Peso neto idéntico de diferentes materiales de referencia

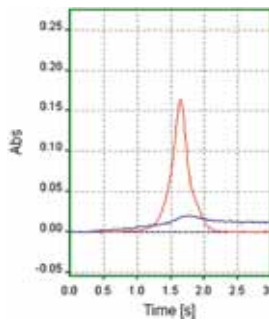
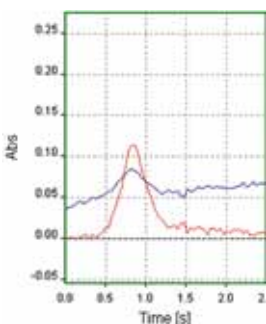
Rosa: Diferentes pesos netos de un material de referencia

Verde: Soluciones patrón acuosas para la calibración



Curso de señal Cr, 17,7 mg/kg

Curso de señal Cd, 21,7 mg/kg



Directiva RoHS

La legislación europea ha prohibido la presencia de ciertas sustancias peligrosas en aparatos electrónicos para proteger el medio ambiente y facilitar el reciclaje (Restricción de ciertas sustancias peligrosas – RoHS, según sus siglas en inglés). Aparte de diver-



sas sustancias orgánicas, esta prohibición concierne a los elementos cadmio, plomo, cromo (VI) y mercurio. Hasta la fecha los materiales de soldadura contenían una considerable cantidad de plomo. Desde la introducción de la Directiva RoHS esta clase de plomadas están prohibidas, lo cual ha tenido como consecuencia la readaptación de los respectivos procesos a una producción de plomadas libres de plomo. También diversos polímeros, que se utilizan para los aislamientos de cables y para partes de carcasas, pueden contener estos elementos en forma de pigmentos o contaminaciones provenientes de materiales reciclados. Para poder demostrar la conformidad de los productos con la norma europea, es necesario analizar las materias primas y los productos respecto a la presencia de estas sustancias.

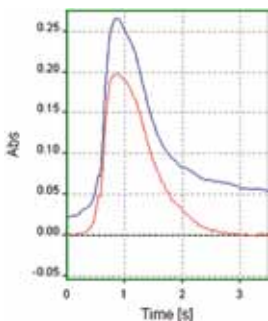
Como los plásticos ya son homogéneos debido a su forma de producción y mayormente están disponibles como granulado, solid AA® es el método de elección.

El análisis es simplificado adicionalmente, ya que no se producen efectos de matriz y, por consiguiente, se pueden utilizar soluciones patrón líquidas – a diferencia de otros métodos de análisis de sólidos que requieren patrones de calibración sólidos, por lo general materiales de referencia certificados.

Ejemplos de aplicación

Plásticos	Cd, Pb, Cr, Cu, Fe, Mn, Sn, Si
Semiconductores, cerámica	Pb, Mg, Na, Cr, Mn, Fe, K
Aleaciones, plomadas	Pb

▼ Curso de señal Pb, 13,8 mg/kg



Peso neto 1,5 – 2 mg de plástico, sensibilidad reducida debido a la selección de longitudes de onda secundarias

Rojo = señal de analito

Azul = señal de fondo

Medicina

Dentro del marco de análisis clínicos ocasionalmente se analizan pelos o uñas, pero también huesos y tejidos respecto al contenido de metales pesados. Como por lo general sólo se dispone de cantidades reducidas de esta clase de muestras, la concentración es frecuentemente demasiado pequeña tras una digestión química para aún poder obtener resultados fiables.

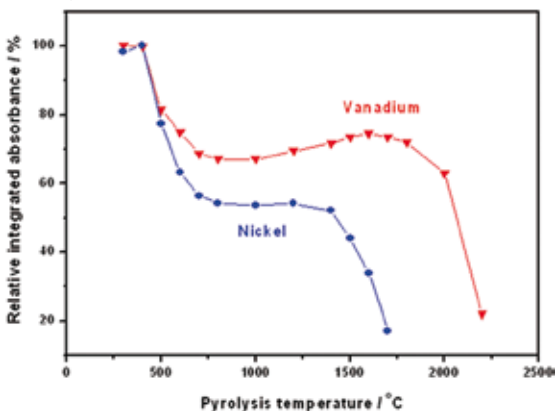
Con la tecnología solid AA® esta clase de análisis se pueden simplificar notablemente, ya que es posible analizar directamente una cantidad de muestra reducida, en la mayoría de los casos entre 0,1 y 0,5 mg. La digestión previa y la dilución inevitable de la muestra se suprimen, lo cual significa que la sensibilidad de detección respecto a la muestra original es incrementada notablemente.

Petroquímica

El petróleo crudo y las fracciones contenidas en él muy a menudo son difíciles de mineralizar, ya que contienen componentes muy reactivos al igual que componentes muy estables. La cantidad de muestra utilizable es muy reducida, ya que se genera una presión alta durante la digestión. Por consiguiente, trazas de elementos frecuentemente sólo se pueden determinar mediante una labor analítica bastante compleja. Como ejemplo se deben mencionar los elementos níquel y vanadio, los cuales actúan como veneno para los catalizadores y fomentan la corrosión de componentes de instalaciones y por lo general se tienen que determinar en el rango de mg/kg inferior.

Con la tecnología solid AA® el petróleo crudo y muestras similares se pueden analizar directamente sin necesidad de una preparación. El análisis directo de sólidos ofrece además la ventaja de que también los compuestos orgánicos volátiles como porfirinas de níquel y vanadio permanecen en su forma original. Así se pueden determinar selectivamente compuestos de elementos volátiles y termoestables con la EAA de sólidos, lo cual ya no sería posible después de una mineralización.

♥ *Intensidad de la señal para níquel y vanadio en petróleo crudo a distintas temperaturas de pirólisis. Pérdida de especies volátiles a partir de aprox. 500°C*



Ejemplos de aplicación

Tejidos, hígado, riñón	Cd, Pb
Pelo, uñas	Hg, As, Se, Pb, Cd, Si
Sangre (sobre papel filtro)	Pb
Petróleo	Ni, V, Cd, Pb, Cr
Catalizadores	Fe, Cu, Pd, Pt, Rh, Pb, Co, Na

solid AA® – completamente integrado en el software

Todas las funciones de la tecnología solid AA® ya están integradas en el software básico, así que no es necesario adquirir e instalar módulos de software adicionales. El software les asigna automáticamente a los portamuestras las muestras y sus respectivas mediciones repetitivas. Los pesos tara son registrados por una rutina automática antes de que el cargador coloque el portamuestras en una posición de dosificación más cómoda. Ahora el usuario puede realizar la dosificación de las soluciones patrón para la calibración, de las muestras y del modificador, dado el caso. La dosificación y el pesaje se pueden confirmar mediante un clic del ratón, pero también a través de las teclas de función que se encuentran en el cargador de muestras. Todos los pesajes son transferidos automáticamente a la tabla de muestras y utilizados para el cálculo de la concentración. Para el ajuste del cargador de muestras se dispone de rutinas sencillas controladas por software, de modo que el cambio entre la tecnología de líquidos y de sólidos se puede realizar en pocos minutos. Ambos métodos están disponibles sin limitación alguna.

La microbalanza integrada se puede verificar y calibrar con ayuda de una pesa de calibración integrada. Una certificación externa con pesas certificadas puede ser realizada o bien por el usuario o bien por el servicio postventa de Analytik Jena.

solid AA® – EAA directa de sólidos

La vía fácil para obtener resultados de análisis fiables en trabajos de investigación y rutina.



▲ *Indicación del peso neto*

▼ *Tabla de muestras con pesos netos*

No.	Pos.	Name	Type	Units	Net Weight
1	1	Cal-Std1	Standard	mg	0.592
2	2	Sample 1	Sample	mg	...
3	3	Sample 2	Sample	mg	...
4	4	Sample 3	Sample	mg	...
5	5	Sample 4	Sample	mg	...
6	6	Sample 5	Sample	mg	...
7	7	Sample 6	Sample	mg	...
8	8	Sample 7	Sample	mg	...
9	9	Sample 8	Sample	mg	...
10	10	Sample 9	Sample	mg	...
11	11	Sample 10	Sample	mg	...
12	12	Sample 11	Sample	mg	...
13	13	Sample 12	Sample	mg	...
14	14	Sample 13	Sample	mg	...
15	15	Sample 14	Sample	mg	...
16	16	Sample 15	Sample	mg	...
17	17	Sample 16	Sample	mg	...
18	18	Sample 17	Sample	mg	...
19	19	Sample 18	Sample	mg	...
20	20	Sample 19	Sample	mg	...
21	21	Sample 20	Sample	mg	...

solid AA[®]

Analytik Jena AG | Analytical Instrumentation
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena/Alemania

Teléfono: +49 (0)3641/77 70
Fax: +49 (0)3641/77 92 79
www.analytik-jena.es
info@analytik-jena.com



Se reserva el derecho de realizar modificaciones en el equipamiento y volumen de suministro así como otros desarrollos técnicos.