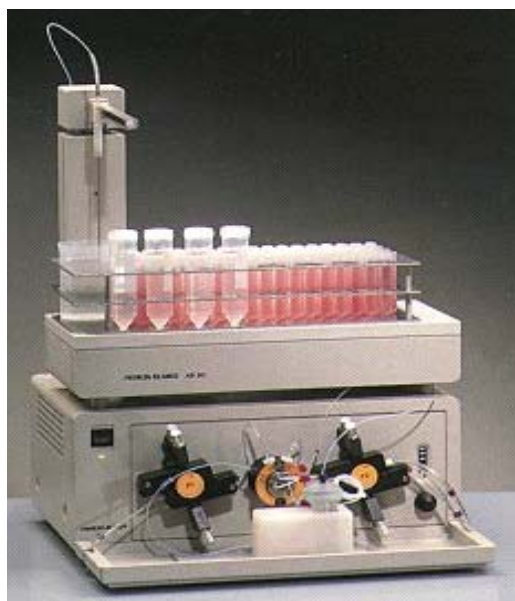


- Cámara limpia: Todo el equipo de ICP-MS y accesorios está instalado en su interior. Está mantenida a 22°C. El acceso a la misma se restringe al personal de la unidad y con indumentaria adecuada. El aire de entrada a la misma está limitado por dos impulsores FUU-340 de la casa Telstar, con filtros absolutos.



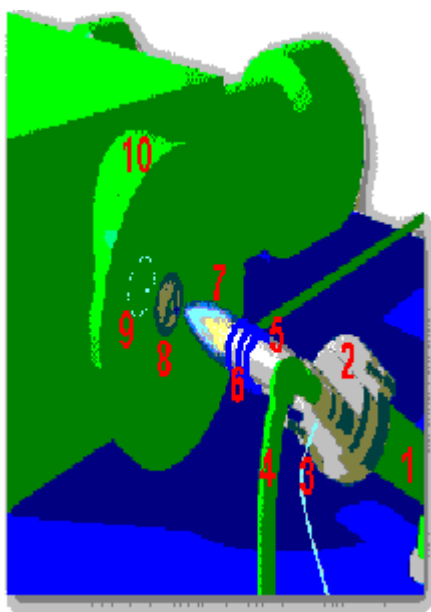
“Accesorios” (obtenido de la página web de los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Barcelona).

Las etapas de que consta la realización de esta técnica son las siguientes:

1.- Introducción de la muestra: En primer lugar hay que introducir la muestra en el interior del plasma. El método mas empleado es el de nebulización, en donde parte de la muestra líquida se transforma en un aerosol y es con-

MATERIAL Y MÉTODOS

ducida al interior del plasma por un flujo de gas. En este caso las muestras a medir han de estar generalmente en solución acuosa, lo cual ya se ha realizado con el mencionado proceso de digestión de las muestras de tejidos.



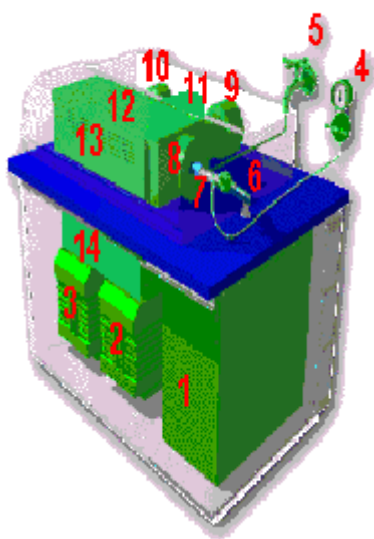
1. Cámara de nebulización.
2. Nebulizador de flujo cruzado.
3. Entrada de muestra.
4. Entrada de argón de nebulización.
5. Antorcha de cuarzo.
6. Bobina de inducción de RF.
7. Plasma.
8. Primer cono de la interficie. "Sampler".
9. Segundo cono de la interficie. "Skimmer".
10. Bloque de la interficie.

“Detalle de la zona de introducción de la muestra, plasma e interficie del instrumento Perkin-Elmer modelo Elan-6000” (obtenido de la página web de los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Barcelona).

2.- Plasma acoplado inductivamente (ICP): Podríamos definir un plasma como un gas neutro, parcialmente ionizado. En el caso del plasma acoplado inductivamente el gas empleado es el argón a presión atmosférica y la energía que lo mantiene en funcionamiento es transferida inductivamente mediante una bobina por la que circula radiofrecuencia. El argón es conducido mediante una antorcha de cuarzo. Normalmente se trabaja con radiofrecuencias de 27 o 40 MHz y con unas potencias entre 1 y 2 kW. Las temperaturas que se consiguen en el interior del plasma en estas condiciones son del orden de 8000 ° K y dependen

MATERIAL Y MÉTODOS

de la zona. El aerosol de muestra es introducido por la parte central del plasma mediante un inyector. Debido a las altas temperaturas del plasma, la muestra se vaporiza y se ioniza parcialmente, generando parte de iones positivos de la mayoría de los elementos presentes en la muestra.



1. Fuente de radiofrecuencia.
2. Bomba de vacío rotatoria de la interfase.
3. Bomba de vacío rotatoria de las turbomoleculares.
4. Suministro de argón.
5. Suministro del circuito cerrado de refrigeración.
6. Nebulizador y cámara de nebulización.
7. Bobina de inducción y antorcha.
8. Conos(“sampler” y “skimmer”). Zona de la interficie.
9. Bomba de vacío turbomolecular 360 l s^{-1}
10. Bomba de vacío turbomolecular 50 l s^{-1}
11. Fuente de alto voltaje control del detector.
12. Óptica iónica, cuádrupol y detector.
13. Electrónica de control del cuádrupol.
14. Electrónica de control del equipo.

“Configuración del instrumento del ICP-MS de cuádrupol, Perkin-Elmer modelo Elan-6000” (obtenido de la página web de los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Barcelona)

3.- Interficie: Este es uno de los puntos más críticos del equipo ya que nos ha de permitir pasar parte de los iones positivos obtenidos en la zona del plasma hasta el analizador de masas. Esto implica un paso de presión atmosférica (760 torr) y 8000 °K hasta 10^{-5} torr y temperatura ambiente. Este paso se produce en dos etapas. En la primera, un cono metálico (normalmente de Ni, Pt o

MATERIAL Y MÉTODOS

Cu) con un pequeño orificio central muestrea la parte central del plasma. Este cono se llama “sampler” y da paso a una zona intermedia con una presión del orden de 1 torr. Posteriormente, un segundo cono, llamado “skimer”, vuelve a muestrear la parte central del “jet” de expansión de los gases que han pasado por el sampler, dando paso a la zona de alto vacío con una presión en torno a los 10^{-5} torr.

4.- Óptica iónica y discriminador de masas: Una vez los iones han entrado en la zona de alto vacío, son focalizados empleando una serie de lentes iónica que pueden ser mas o menos complejas. En esta zona del aparato hay también un sistema para parar los fotones, debido a que el detector que emplearemos finalmente para detectar los iones, también es sensible a los fotones. Normalmente es un pequeño disco metálico puesto en el centro de la trayectoria de los fotones.

5.- Detector: La detección se lleva a cabo empleando un multiplicador de electrones. Este tipo de detector proporciona una gran sensibilidad ya que permite detectar los iones individualmente. La técnica proporciona unos límites de detección muy bajos para muchos de los metales de la tabla periódica, sobre todo para los pesados.

6.2.MATERIAL Y REACTIVOS:

INSTRUMENTACIÓN:

Digestores de Teflón

ICP-MS: Perkin-Elmer Elan 6000.

REACTIVOS:

Sistema milipore de desionización del agua (Agua MILLI Q)

Ácido Nítrico concentrado (65 %) Merck.

6.3 PROCEDIMIENTO ANALÍTICO:

Las distintas muestras de los órganos fueron analizadas en la unidad de Espectroscopía Atómica de los Servicios Científico-Técnicos de la Universitat de Barcelona.

Para calibrar los diferentes instrumentos, se utilizaron patrones de cada uno de los elementos a analizar, siguiendo en el caso del ICP los estándares de 10 ppm de Thermo Jarrell Ash.

Los límites de detección en la solución de ataque y en la muestra se muestran en la siguiente tabla. Se recogen en otra tabla las posibles interferencias.

MATERIAL Y MÉTODOS

Metales	Límite de Detección en la Solución de Ataque ng/mL	Límite Detección en la muestra µg/g
As	1	0,05
Cd	0,5	0,025
Co	0,5	0,025
Cu	0,5	0,025
Cr	2,5	0,125
Hg	1	0,05
Mn	0,5	0,025
Ni	1	0,05
Pb	0,5	0,02
Sn	0,5	0,025
V	2,5	0,125
Zn	10	0,5

Metal	Interferencias Analíticas
As	Ar / Cl ⁻
Cd	---
Co	Ca ²⁺
Cu	---
Cr	Cl ⁻ / Sulfatos
Hg	---
Zn	---
Ni	Ca ²⁺
Pb	---
Sn	---
V	Cl ⁻
Zn	Sulfatos

7.- ESTADÍSTICA:

Los resultados fueron almacenados y procesados mediante Microsoft Office 97 (Acces como base de datos y Excel como hoja de cálculo). Como programa estadístico se utilizó el SPSS-PC+ (versión 8.0 para Windows)

La normalidad de las variables se comprobó aplicando el test de Kolmogorov-Smirnov y la homogeneidad de las variancias mediante el test de Levene.

Para la estadística inferencial se aplicó el test de la t de Student-Fisher como prueba paramétrica y el test de la U de Mann-Withney y el de Kruskal-Wallis como test no paramétricos.

Para la correlación entre variables se aplicó el test de Pearson.

En las variables que fueron significativamente diferentes se calculó el intervalo de confianza de la diferencia.