

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERÍA ELÉCTRICA Y ELECTRÓNICA



**ESPECTROFOTOMETRIA DE PLASMA INDUCIDO Y SU
APLICACIÓN EN LA MINERIA**

INFORME DE SUFICIENCIA

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:
INGENIERO ELECTRÓNICO**

PRESENTADO POR:

WILSON CHUQUISENGO MARIN

**PROMOCIÓN
2006-I**

**LIMA-PERÚ
2010**

**ESPECTROFOTOMETRIA DE PLASMA INDUCIDO Y SU
APLICACIÓN EN LA MINERIA**

Agradezco a todos mis seres queridos: mis padres y mis hermanos por el apoyo, confianza, entusiasmo y sacrificio constante durante los años de mi formación profesional.

SUMARIO

El presente trabajo pretende exponer mi experiencia laboral en el campo de los instrumentos analíticos, principalmente, en el área de espectrofotometría de absorción atómica y de plasma inducido, los cuales, actualmente, se convierten en una herramienta importante para el análisis de metales en el campo de la minería, control de medio ambiente, alimentos y enseñanza. En este sentido, dependiendo de la aplicación que se realice, entre otros, con esta herramienta se puede controlar el proceso, efectuar el control de calidad, analizar el excedente de contaminantes y registrar los metales nocivos.

INDICE

INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
PLANTEAMIENTO DE INGENIERÍA DEL PROBLEMA	2
1.1. Descripción del Problema	2
1.2. Objetivo del Trabajo	2
CAPITULO II	
MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL	4
2.1 ¿Qué es Espectrofotometría?	4
2.2 Excitación para la Emisión de Radiación Electromagnética	4
2.3 Líneas de Emisión	5
2.4 ¿Qué es Plasma?	6
2.4.1 Gas de Operación	7
2.5 Volumetría	7
2.6 Absorción Atómica	8
2.6.1 Sistema Óptico	9
2.7 Espectrofotómetros ICP Óptico	13
2.8 Espectrofotómetros ICP MS	14
CAPITULO III	
ESPECTROFOTOMETRO ICP	15
3.1 Introducción	15
3.2 ICP-OES	15
3.3 Gases	16
3.3.1 Argón	16
3.3.2 Nitrógeno	16
3.3.3 Aire	17
3.4 Generación del Plasma	17
3.4.1 Control Electrónico del Generador	17
3.4.2 Generador	19
3.4.3 ¿Cómo se Genera el Plasma?	21
3.5 Introducción de Muestra	22
3.5.1 Auto Muestreador	22

3.5.2	Bomba Peristáltica.....	22
3.5.3	Nebulizador	23
3.5.4	Cámara.....	23
3.5.5	Inyector.....	24
3.5.6	Antorcha.....	24
3.6	Espectrofotómetro	24
3.6.1	Sistema Óptico	24
3.6.2	Captura de los Fotones y Procesamiento Electrónico de la Señal	27
3.7	Funcionamiento en Conjunto del Generador y del Espectrofotómetro	29
CAPITULO IV		
RESULTADOS.....		32
4.1	Análisis de Minerales.....	32
4.2	Calibración	32
4.3	Lecturas.....	33
4.4	Análisis de los Resultados.....	38
CAPITULO V		
ANALISIS DE MERCADO Y COSTO		
5.1	Marcas en el Mercado	41
5.2	Mercado y posicionamiento	44
5.3	Inversión y Rentabilidad	45
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		47
BIBLIOGRAFIA		49

3.5.2	Bomba Peristáltica.....	22
3.5.3	Nebulizador	23
3.5.4	Cámara.....	23
3.5.5	Inyector.....	24
3.5.6	Antorcha.....	24
3.6	Espectrofotómetro	24
3.6.1	Sistema Óptico	24
3.6.2	Captura de los Fotones y Procesamiento Electrónico de la Señal	27
3.7	Funcionamiento en Conjunto del Generador y del Espectrofotómetro	29
CAPITULO IV		
RESULTADOS.....		32
4.1	Análisis de Minerales.....	32
4.2	Calibración	32
4.3	Lecturas.....	33
4.4	Análisis de los Resultados.....	38
CAPITULO V		
ANALISIS DE MERCADO Y COSTO		
5.1	Marcas en el Mercado.....	41
5.2	Mercado y posicionamiento.....	44
5.3	Inversión y Rentabilidad	45
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		47
BIBLIOGRAFIA		49

INTRODUCCION

El presente trabajo trata sobre el tema Espectrofotometría de Plasma Inducido, que es una técnica muy empleada para la cuantificación de metales, mediante la generación de un plasma utilizando corriente alta y un oscilador. En esta técnica, la corriente se transmite a una frecuencia de 40 MHZ, la misma que pasa a través de una bobina, generándose un campo magnético que causa la aceleración de los electrones de argón, luego del cual se produce una chispa y el plasma. Un plasma es un gas ionizado, eléctricamente neutro y confinado en un tubo de descarga. En la actualidad, el plasma es usado en los instrumentos analíticos de precisión, tales como espectrofotómetros ICP e ICP MS.

La minería en el Perú está muy desarrollada y constituye una actividad importante en la economía del país. En este sentido, y en consonancia a las normas establecidas, tanto a nivel nacional como internacional, todo proceso de elaboración requiere el control de producción de aquello que se comercializa, así como también el exhaustivo control del relave o desechos, a efectos de evitar la contaminación de los ríos y medio ambiente en general.

Existen diferentes maneras y métodos que se aplican en la minería para poder realizar este tipo de control productivo y de desechos. Uno de ellos es mediante el uso de los espectrofotómetros ICP, los cuales, son instrumentos analíticos empleados para la determinación de pequeñas trazas y/o concentraciones de elementos metálicos y no metálicos y, que además tienen la gran ventaja de poder leer hasta 78 elementos de manera simultánea, aspectos que serían muy difíciles y caros de poder determinar a través de métodos tradicionales.

Otro campo en que suele utilizarse este instrumento es en los laboratorios comerciales, los cuales brindan el servicio de análisis a las industrias y empresas mineras para la verificación de los análisis obtenidos en sus propios laboratorios y obtener su valor comercial. El análisis se realiza en equipos que realizan la discriminación de la longitud de onda de la luz emitida para cada metal presente en la muestra al ser quemada por el plasma, los mismos que pueden determinar concentraciones del orden de 0.01 ppm.

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DE INGENIERÍA DEL PROBLEMA

1.1. Descripción del Problema

El problema que se presenta en la actualidad, es responder a la necesidad de realizar los análisis de los diferentes metales de interés, en todas las zonas mineras que tiene nuestro país, a efectos de obtener su cuantificación, tanto para geología, exploración, nuevos proyectos y los diferentes procesos realizados.

Estos análisis son requeridos para el control del proceso con el propósito que el ingeniero de planta cuente con los elementos necesarios que le permitan adoptar decisiones sobre las acciones a implementar en el proceso. En este aspecto, el análisis de los metales puede revelar la presencia de diferentes motivos, tales como: la existencia de pérdida de mineral en el relave, que la concentración de la pulpa sea baja, que exista mucho contaminante en el relave, temas, que en particular o en conjunto, se debe actuar, sobre todo en el caso de los contaminantes que son muy controlados y regulados por el Estado y por organizaciones mundiales.

Otro factor importante para la minería, en la cual el espectrofotómetro ICP es muy útil y necesario, es en la geología y las exploraciones, trabajos con los que se puede empezar el desarrollo de nuevos proyectos y posibilita hacer una estimación de la cantidad de mineral que hay tanto en reservas probadas, probables y prospectivas. A partir de esta data informativa, las empresas pueden evaluar si la inversión que tendrían que efectuar será recuperada en un plazo determinado, que esté acorde con sus intereses. Así mismo, se debe tener presente que, cuando la minería está en proceso de explotación, el área de geología continua buscando nuevos proyectos o yacimientos para tratar de ampliar el periodo de explotación, razón por la cual se consolida la importancia del espectrofotómetro ICP.

1.2. Objetivo del Trabajo

Presentar algunos métodos de análisis y cuantificación de pequeñas trazas de los metales en su aplicación en la industria y, principalmente, de la minería. El ámbito involucra los procesos intermedios para el control del proceso, control de calidad del producto final para la venta, control del medio ambiente, así como también para las

exploraciones de geología en las mineras y la determinación acerca de si los nuevos proyectos son viables y rentables.

Para tal efecto, en este trabajo, se presenta las diferentes técnicas de análisis tales como: absorción atómica, volumetría también conocido como método clásico, haciendo un enfoque en el uso de espectrofotómetro de plasma inducido ICP-OES, que es muy útil, versátil, fácil de usar y bastante empleado en la minería moderna.

CAPITULO II

MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL

En todo proceso, tanto en minería como en otra industria, donde se necesita cuantificar la presencia de algunos metales y no metales es necesario utilizar algunos métodos de análisis para los cuales se emplea instrumentos analíticos de alta precisión.

2.1. ¿Que es Espectrofotometría?

Es una técnica para la cuantificación de metales en muestras que usa la emisión o absorción de la luz de la muestra. El logro de la espectrofotometría es la determinación de concentración y difiere del análisis cualitativo por espectro, lo cual es empleado por la espectroscopia.

En el ICP hay una relación lineal entre la intensidad y la concentración desde 0 hasta 10^6 de intensidad. Esta función de intensidad y concentración depende de varios parámetros, algunos de ellos son desconocidos, otros son factores empíricos. En el caso del ICP espectrofotometría de emisión, estos factores tienen que ser determinados antes de los análisis (calibración). En las lecturas se asume que la función de calibración no cambia entre estándares y muestras, premisa que es importante pre-requisito para asegurar una buena exactitud en los resultados de los análisis.

Debido a que todos los átomos emiten luz simultáneamente, el ICP - OES es una típica representación de una técnica orientada a la lectura de múltiples elementos, lo que significa que el resultado de una muestra para varios elementos es obtenido en un solo paso. Ello no sucede en la técnica orientada, pues la lectura de un único elemento donde todas las muestras son examinadas es solo para un elemento. Una típica representación de la técnica orientada a la lectura de un elemento es la espectrofotometría de absorción atómica, la cual registra la ventaja de multi elemento en el tiempo que se demora en obtener los resultados para varios elementos con respecto a la otra técnica.

2.2. Excitación para la Emisión de Radiación Electromagnética

Para el análisis cuantitativo, la muestra como el aerosol para ser examinado es introducido en el plasma. La energía del plasma es transferida hacia la muestra en sucesivas etapas: En principio, el aerosol es secado y los sólidos remanentes son vaporizados; luego, las moléculas del gas formado son disociados en átomos. El plasma provee de la suficiente cantidad de energía, entonces los electrones libres del plasma

pueden remover los electrones de los átomos de la muestra mediante colisión, formando iones cargados positivamente. A la temperatura entre 6,000 a 10,000 K, que son típicas temperaturas del ICP, los metales están como iones y los no metales y metaloides están ionizados parcialmente. Finalmente, el electrón más alejado de un átomo o ion es elevado hacia el orbital más alejado. Este proceso se denomina **Excitación** y los electrones permanecen en estado excitado solo por un instante.

2.3. Líneas de Emisión

Después de aproximadamente 10^{-8} segundos, el electrón cae hacia un orbital energéticamente menor. La diferencia de energía entre los dos niveles de energía es emitida como radiación electromagnética predominando en la región ultravioleta (190 a 380 nm) y los demás en la región visible (380 a 800 nm). Como la emisión se inicia desde los estados excitados entonces hay muchos puntos de inicio desde donde los electrones caen. Adicionalmente, hay muchos puntos hacia donde puede caer lo cual claramente incrementa el número de posibilidades para un electrón para bajar hacia un estado menor. Ejemplos de algunas líneas de emisión para algunos elementos: Ce 5250 líneas, Fe 4400 líneas, W 3800 líneas, Mo 3400 líneas y el Cr 3000 líneas. La gran cantidad de líneas tiene ventajas y desventajas, la ventaja es la gran cantidad de líneas que uno puede escoger para los análisis y la desventaja es que cuando hay muchas líneas de emisión esto causa interferencias.

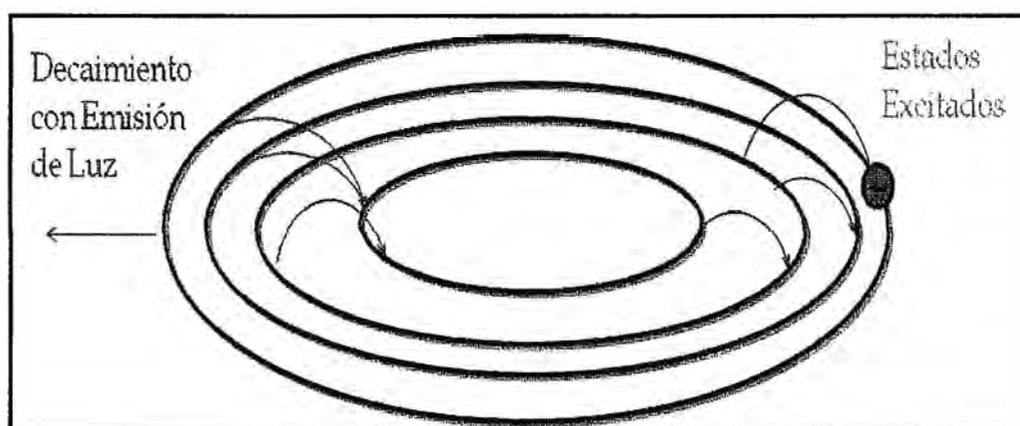


Figura 2.3.a Espectro Atómico

$$\Delta E = h\nu = h \cdot c / \lambda$$

h = constante de plank

ν = frecuencia

λ = Longitud de onda

C = Velocidad de la luz.

Acá se muestra el salto de excitación y también el decaimiento de los electrones en los diferentes niveles de energía.

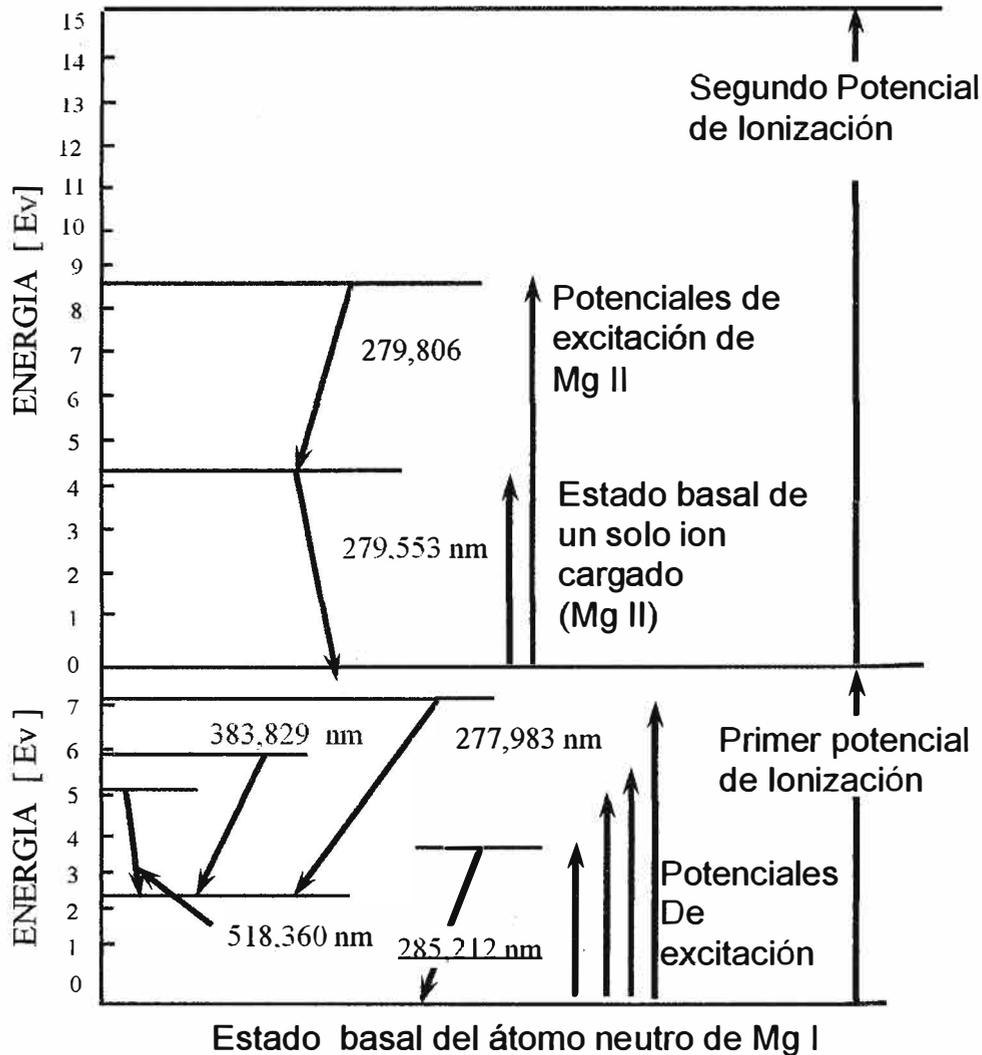


Figura 2.3.b Diagrama de Niveles de Energía del Mg

2.4. ¿Qué es Plasma?

Por definición un plasma es una mezcla de gas ionizado conductora de electricidad que contiene una concentración significativa de cationes y electrones (la concentración de ambos es tal que la carga neta se aproxima a cero). También, el plasma está referido al cuarto estado de la materia, en cuyo estado se encuentra el desorden total de los átomos, el mismo que se denomina entropía.

En el plasma de argón que se emplea en los análisis de emisión, los iones de argón y los electrones son las principales especies conductoras, aunque los cationes de la muestra están en pequeña concentración. Los iones de argón, una vez que se ha formado el plasma, son capaces de absorber suficiente potencia de una fuente externa como para mantener un nivel de temperatura, en que la ionización adicional sustenta el plasma indefinidamente. En la espectrofotometría de plasma de argón, se requiere de una fuente externa que es una fuente switching de alta potencia para entregar la potencia necesaria

para mantener estable el plasma, además de un oscilador para la generación de la alta frecuencia lo cual genera los campos de radiofrecuencia y que fluye a través del argón para la generación del plasma.

2.4.1. Gas de Operación

En los instrumentos comerciales de ICP, el argón es usado, principalmente, como un gas noble, con un número atómico relativamente alto, del cual su electrón puede ser polarizado fácilmente. Los electrones pueden ser separados o arrancados más fácilmente si se compara con un gas noble de menor número atómico y con gases moleculares. Para ionizar gases moleculares como el nitrógeno, es necesaria tener más energía.

En los inicios de los instrumentos de ICP, algunos instrumentos trabajaron con plasmas, usando gases moleculares, tales como nitrógeno o aire. Así como el costo de los gases a usar bajan, el costo de la construcción de los instrumentos claramente aumenta. Por esta razón, luego de muchos experimentos y tratando de compensar el costo del gas con el costo de construcción del equipo, se determinó que el argón era el gas mas adecuado para la generación del plasma en el ICP.

Al respecto, se presenta la Tabla 2.1 que registra las características de los gases nobles, lo que permite apreciar de mejor manera la razón del uso del argón.

Tabla N° 2.1 Características de los Gases Nobles

Elemento	Numero atómico	Energía de ionización (eV)	Concentración en la atmósfera (ppm)	Costo por 50 L a 200 bar (\$)
He	2	24.59	5.2	120
Ne	10	21.47	18.2	6,000
Ar	18	15.68	9,340	60
Kr	36	13.93	1.1	20,000
Xe	54	12.08	0.09	200,000

2.5. Volumetría

También denominada valoración química, es un método químico para medir cuánta cantidad de disolución se necesita para reaccionar exactamente con otra disolución de concentración y volumen conocidos. Para ello, se va añadiendo gota a gota la disolución desconocida o "problema" a la otra disolución (disolución valorada) desde un recipiente cilíndrico denominado bureta, hasta que la reacción finaliza. Según el tipo de reacción que se produzca, la volumetría será, por ejemplo, volumetría ácido-base, de

oxidación- reducción o de precipitación. El final de la reacción suele determinarse a partir del cambio de color de un indicador, como papel de tornasol o una mezcla especial de indicadores denominado indicador universal.

Si se prepara una cantidad de ácido o base con una concentración conocida, se puede medir cuánta cantidad de la otra disolución se necesita para completar la reacción de neutralización y, a partir de ello, determinar la concentración de dicha disolución. Para determinar cuánto ion cloruro hay en una disolución se emplea una disolución de nitrato de plata de concentración conocida. Cuando la reacción se completa se forma cloruro de plata insoluble, que aparece en el fondo del líquido como un precipitado blanco.

De acuerdo a la cantidad de la muestra añadida se puede determinar la concentración del elemento deseado. Es un método no muy exacto, toma tiempo realizarlo y, además, es más caro, por los reactivos usados pues necesita más consumibles. En este caso hay más desperdicio comparado con el análisis en el cual se use un instrumento de precisión. En este sentido, empleando instrumentos de precisión se puede analizar una mayor cantidad de muestras en un mismo tiempo que aquel que podría alcanzarse mediante la volumetría clásica, razón por la cual la volumetría no es usada en empresas grandes como las minerías, cementeras, laboratorios comerciales o grandes industrias donde se requiere controlar producción a gran escala.

2.6. Absorción Atómica

Absorción atómica es uno de los métodos analíticos más usados para la determinación de metales y está basada en la atomización del analito de una muestra líquida que ya está nebulizada y forma una niebla. La niebla es quemada y expuesta a una energía, la cual es emitida por una lámpara de cátodo hueco o una lámpara de descarga de electrones en una determinada longitud de onda.

Luego que la muestra ya nebulizada es quemada por la llama, la cantidad de luz absorbida, después de pasar a través de la llama, determina la cantidad del analito presente en la muestra.

La intensidad inicial de luz I_0 disminuye en una cantidad determinada por la concentración de átomos en la llama.

La transmitancia se define como la razón de la intensidad final y la intensidad inicial.

$$T = (I/I_0)$$

La absorbancia se define como:

$$A = \log (I_0/I)$$

La absorbancia es la magnitud que lee el equipo y de acuerdo a la curva de calibración definida por los estándares de calibración se cuantifica el analito de interés en la muestra. En la técnica de absorción atómica lo que el equipo mide es la absorción que sufre de la

luz emitida por la lámpara de cátodo hueco al pasar por la flama, que es el lugar donde se quema el análito a altas temperaturas y que es directamente proporcional a la concentración del analito de nuestro interés

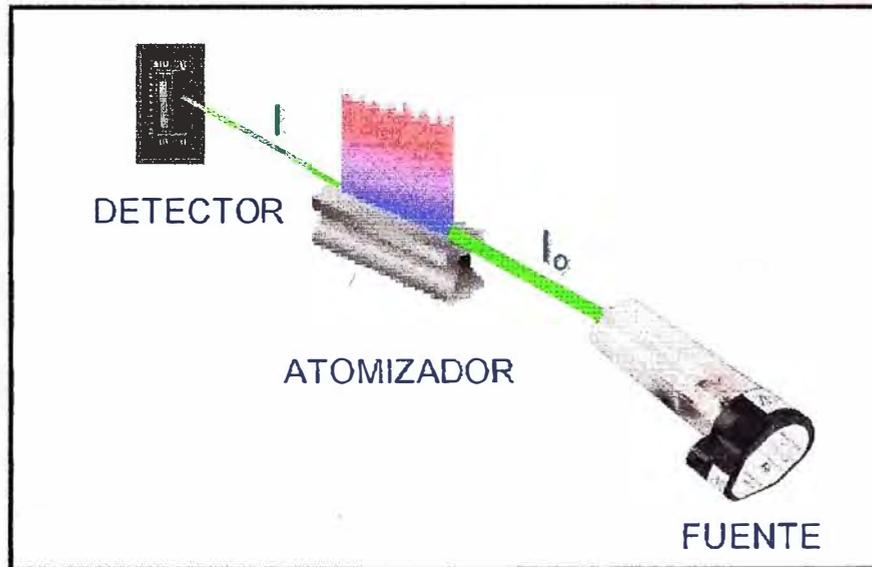


Figura 2.6.a Representación del Recorrido de la Luz

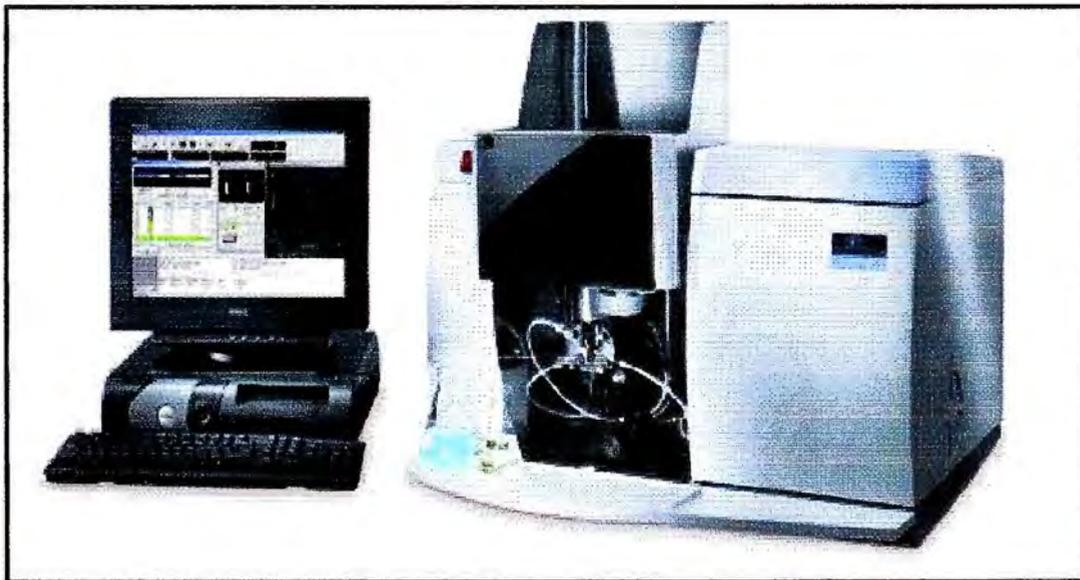


Figura 2.6.b Equipo Aanalyst 400 de la Marca Perkin Elmer

2.6.1. Sistema Óptico

Una parte importante de los equipos de absorción atómica es el sistema óptico, donde se encuentra todo el arreglo de espejos que logran transmitir la luz y la discriminación de longitud de onda, consta de los tres elementos siguientes:

División de Haz

Monocromador

Detector

División del Haz.

En esta parte el haz de luz que proviene de la fuente se divide en dos haces: la primera que es el haz de muestras pasa por la flama y, la segunda, que es el haz de referencia que es enviado por un paso óptico interno, paralela al haz de muestra. Las dos haces se encuentran en el mismo camino mediante un recombinador, antes de entrar al monocromador.

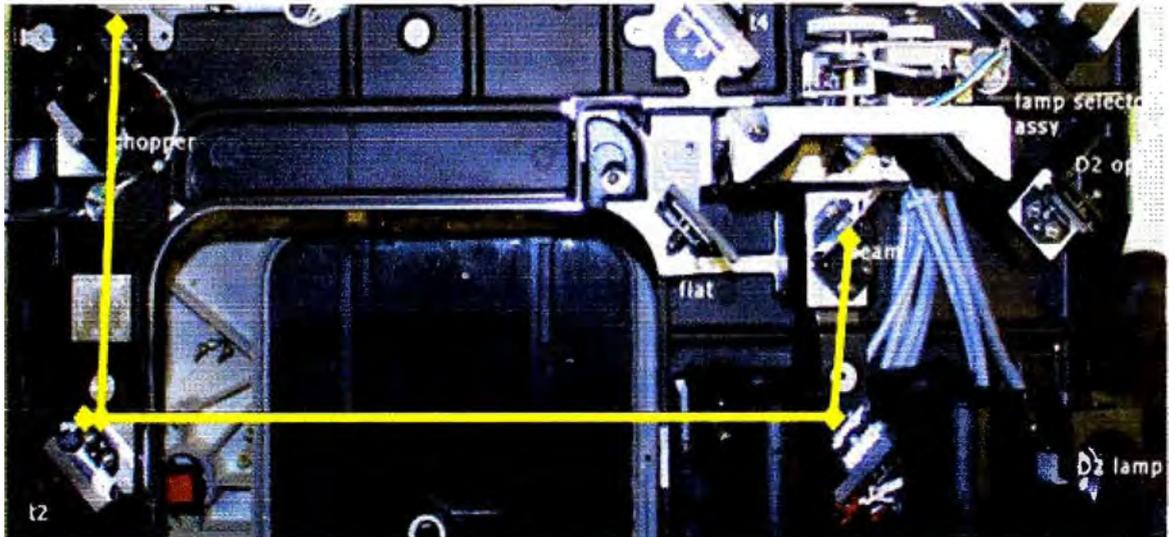


Figura 2.6.1.a Haz de Muestra



Figura 2.6.1.b Haz de Referencia

Monocromador

El monocromador es un arreglo de espejos que permite dispersar la luz policromática en sus diferentes longitudes de onda y direccionar hacia el detector solo la longitud de onda deseada para el análisis del análito. Los espejos del Monocromador deben estar herméticamente cerrados para evitar que ingrese la luz del ambiente, el cual puede interferir con la luz de nuestro interés y como consecuencia generar equivocados

resultados. Si ingresa luz del ambiente que sea muy intensa puede dañar al detector por efectos de saturación del mismo (durante el mantenimiento de estos equipos se debe ser muy cuidadoso)

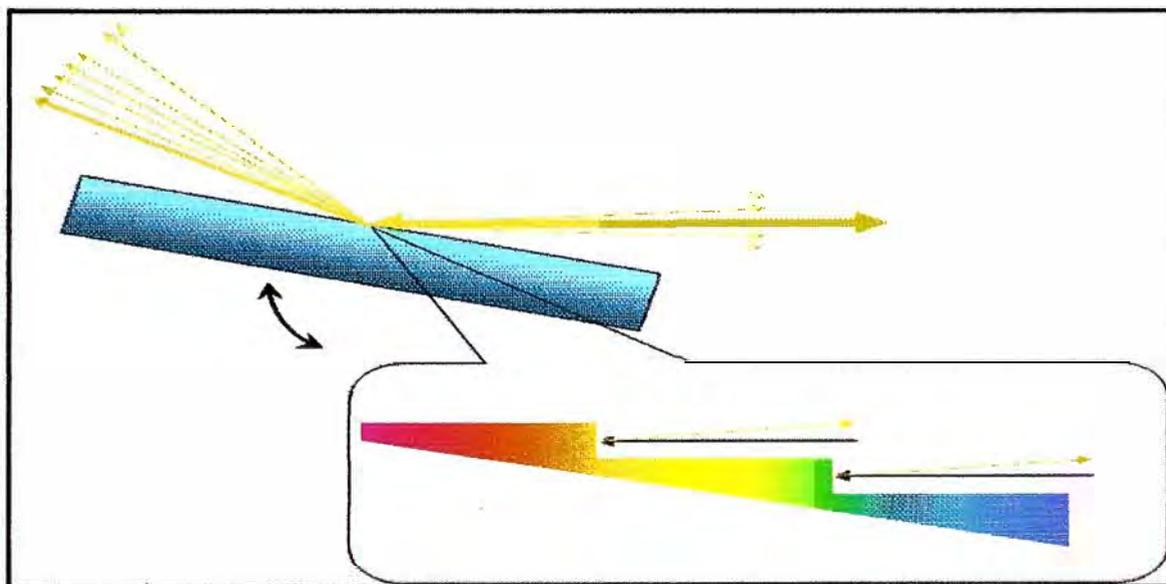


Figura 2.6.1.c Líneas del Echele Grating

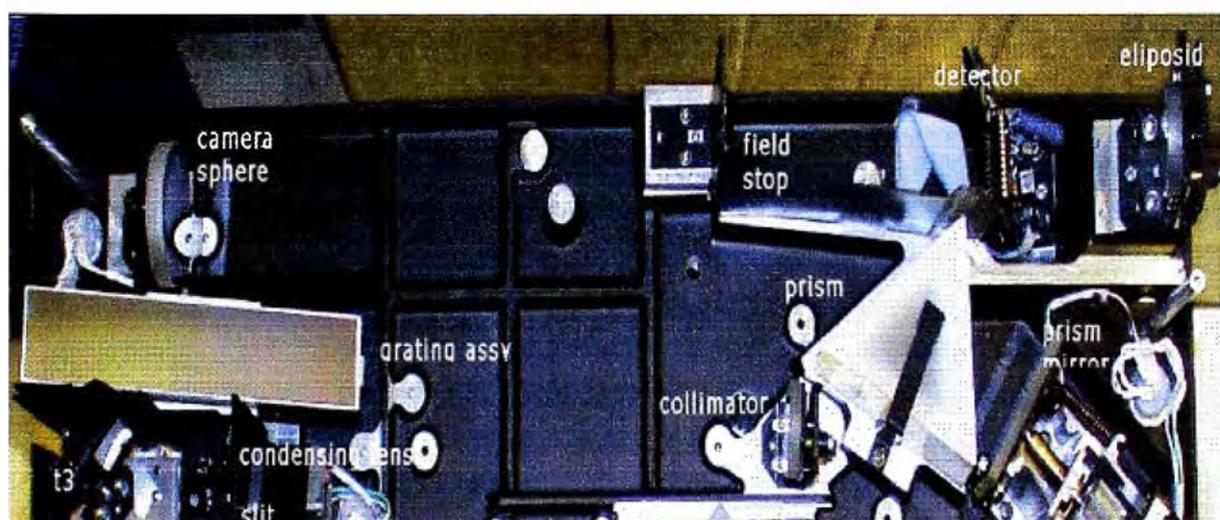


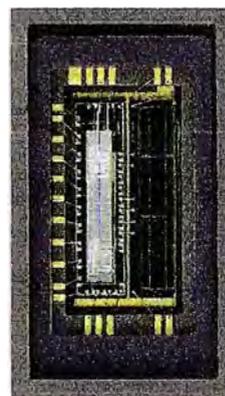
Figura 2.6.1.d Monocromador AA400 Perkin Elmer

Detector

El detector es el dispositivo encargado de captar la señal óptica proveniente del Monocromador y transformarlo en una señal electrónica capaz de ser convertida en un valor legible. El más común es el Foto multiplicador, tubo de vacío provisto de placas fotosensibles que recibe los fotones, los convierte en impulsos electrónicos y multiplica hasta obtener la suficiente intensidad eléctrica. En años recientes se están utilizando también los detectores de estado sólido CCD, de alta sensibilidad.



Foto multiplicador



Detector de estado sólido CCD

Figura 2.6.1.e Tipos de Detectores

La señal luminosa que recibe el detector es convertida en señal eléctrica la cual es procesada mediante la electrónica de cada equipo y luego es enviada a través a la PC mediante Conexión IEEE (equipos antiguos ya en su mayoría fuera de continuidad), Serial o Ethernet (equipos más modernos y que se mantienen vigentes hasta la actualidad), en PC donde se maneja desde un software de control, es una interface humano maquina amigable para el usuario y del cual se maneja todos los datos obtenidos.

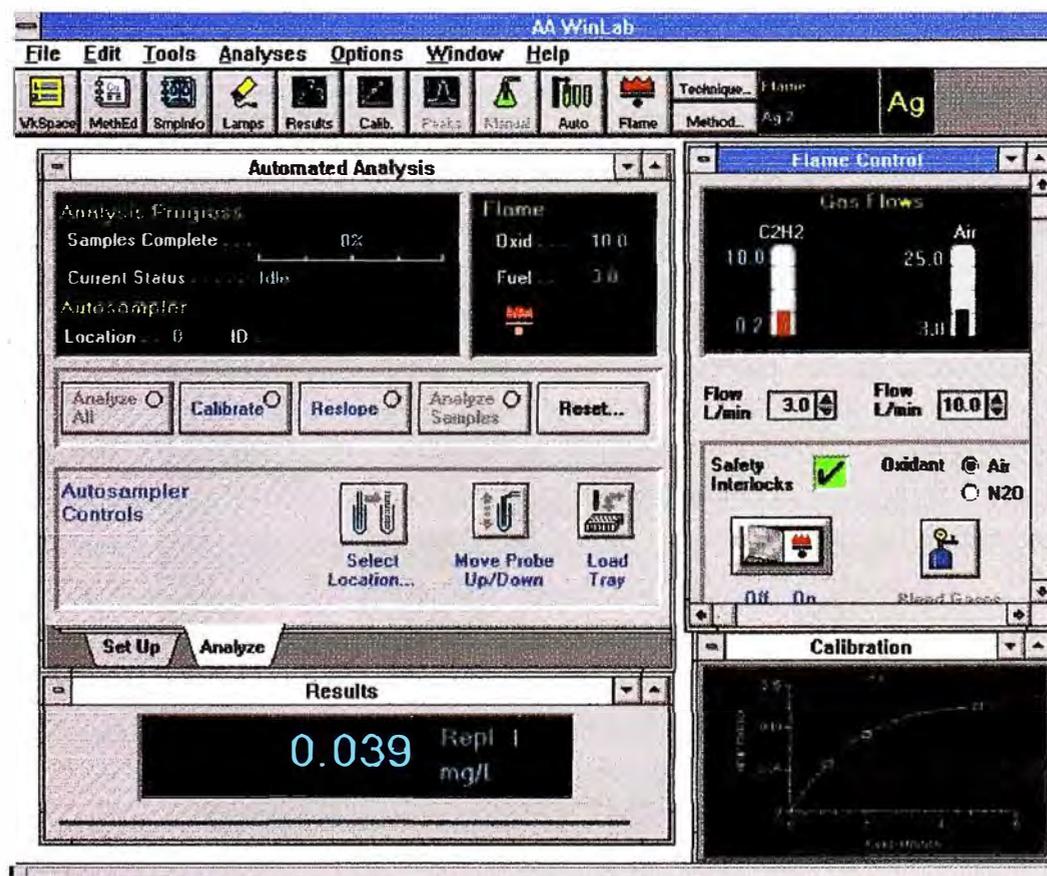


Figura 2.6.1.f Ventana del Software de control

2.7. Espectrofotómetro ICP Óptico

Espectrofotometría ICP Óptico es uno de los métodos analíticos usado para la determinación de metales, que, al igual que en el caso de la absorción atómica, necesita atomizar la muestra. El ICP analiza hasta 78 elementos de manera simultánea, sin usar flama, si no plasma.

En este método, la muestra es arrastrada por una bomba peristáltica con un ángulo de 90° al gas argón. La generación del plasma se genera usando una fuente de 3000 Watts controlable de 0 a 60 amperios y de 16 a 48 voltios, un oscilador formado por un condensador y una bobina los cuales deben entrar en resonancia y generar una frecuencia de oscilación de 40MHZ. Seguidamente, esta onda con esta frecuencia pasa por una bobina en la cual se genera un campo magnético y, por el interior de la misma, se inyecta gas argón, el cual es excitado por el campo magnético. Luego se genera un alto voltaje de 35000 voltios, con el cual se produce un arco hacia tierra. Este plasma crea en su interior rangos de temperaturas que van desde $6,000^\circ\text{C}$ hasta $10,000^\circ\text{C}$, lo que es aprovechado para el quemado de la muestra, generando una luz de emisión por la excitación de electrones.

La indicada luz pasa por un arreglo de espejos y se divide en diferentes longitudes de onda de acuerdo al espectro de cada metal, lo cual es leído por un detector que transforma la intensidad de luz en pequeñas señales eléctricas, las que son procesadas por la tarjeta de adquisición de datos, pudiéndose visualizar los resultados en la PC. Este análisis es muy usado para la minería y medio ambiente en los laboratorios de análisis químico. El espectro es rico en líneas, un monocromador con gran poder de dispersión el cual discrimina la luz policromatica proveniente de la emisión de los electrones.

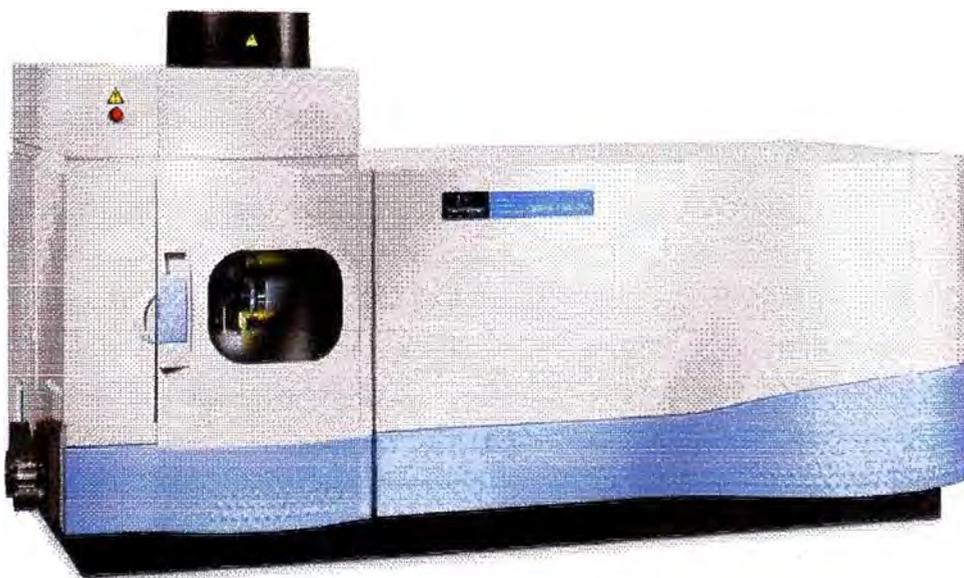


Fig. 2.7 ICP Optima 5300 Perkin Elmer

2.8. Espectrofotómetros ICP MS

El espectrofotómetro ICP MS es usado para el análisis de metales y no metales con límites de detección pequeños del orden de ppt (partes por trillón).

A diferencia de los métodos de absorción atómica e ICP óptico que detectan los elementos por la discriminación de longitud de onda, en los ICP MS se revelan los elementos por la discriminación de masas, debido a que cada elemento químico tiene asociada una masa característica o peso atómico (C 12; Pb 207). Esta discriminación de masas se alcanza mediante el uso de un cuadrupolo, el cual está formado por cuatro conductores que generan un campo electromagnético dinámico. Es el resultado de dos voltajes aplicados a conductores opuestos, es decir, a dos conductores se aplica +V y, a los otros dos conductores se aplica -V. Dichos voltajes combinados con una onda de 2.5MH generan dos campos magnéticos desplazados en 180° en fase. Luego, cuando diferentes iones ingresan al interior del cuadrupolo, se genera una discriminación para solo dejar pasar a los iones que son de nuestro interés, de manera que lleguen hacia el detector y generen una señal de voltaje, la cual indicará la cantidad de concentración de cada elemento.

Este equipo también se usa plasma, con lo cual se logra altas temperaturas y así lograr quemar el análito y tener una mejor separación de los electrones para su análisis.

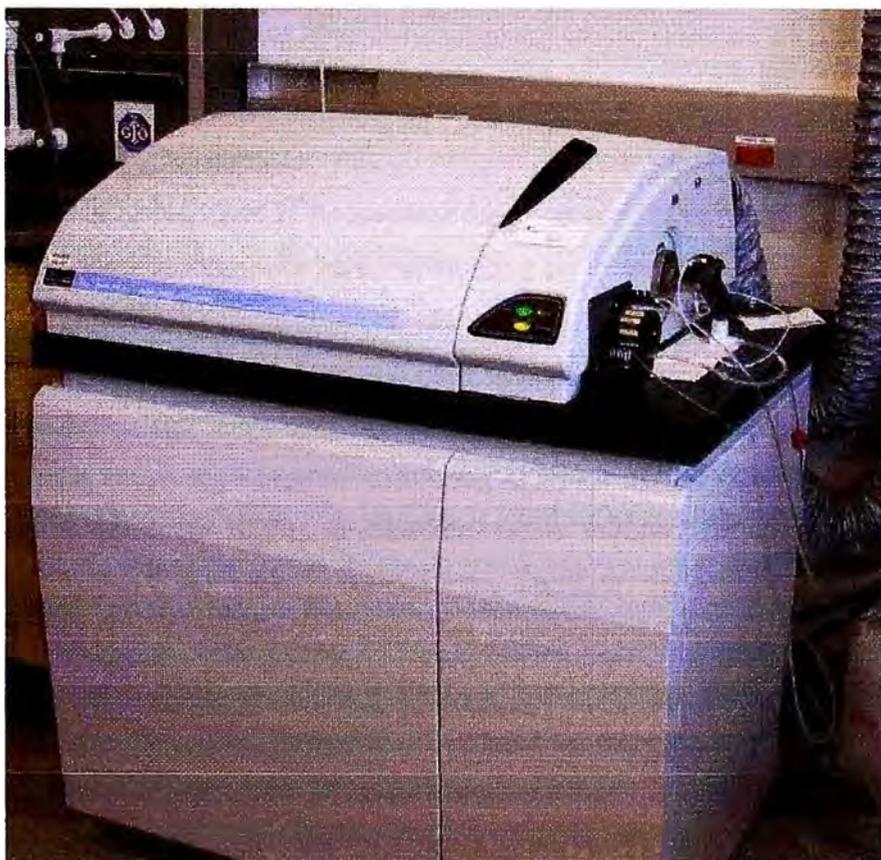


Fig. 2.8 ICP MS Elan 9000

CAPITULO III

ESPECTROFOTOMETRO ICP

3.1 Introducción

Este capítulo trata acerca del funcionamiento completo del ICP de emisión óptica con todos sus componentes, generador de plasma, introducción de muestra, arreglo óptico y detectores. Además, se presenta la utilidad de este instrumento con resultados reales generados en laboratorios comerciales dedicados a brindar servicios de análisis de minerales para el control del proceso en los diferentes campos de la industria y especialmente enfocados en la minería de nuestro país.

3.2 ICP – OES

ICP-OES proviene de las iniciales en inglés “Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry” lo cual traducido al español significa “Plasma Acoplado Inductivamente – Espectroscopia de Emisión Óptica”. Este equipo está dividido en dos partes que trabajan independientemente y que son las siguientes:

Generador de Radio Frecuencia

Espectrofotómetro

Generador de Radio frecuencia

Esta parte del equipo es la encargada de generar el plasma mediante un oscilador de estado sólido: Está formado por dos transistores de potencia que operan en el punto Q para obtener la corriente necesaria, un condensador, una bobina para generar la señal de 40MHZ y una fuente de corriente continua de 3,000 W para mantener el plasma estable.

Espectrofotómetro

En general es un instrumento usado en la física óptica que sirve para medir, en función de la longitud de onda, la relación entre valores de una misma magnitud fotométrica relativos a dos haces de radiaciones. También es utilizado en los laboratorios de química para la cuantificación de sustancias y microorganismos.

En el presente caso el espectrómetro es la unidad donde llega la intensidad de luz proveniente del plasma y que mediante un arreglo de espejos de la zona de muestra y Monocromador permite obtener la discriminación por longitud de onda de la luz policromática proveniente del plasma, lugar donde se quema el analito a altas temperaturas. Algunos equipos tienen dos detectores una para la zona ultravioleta

(comprendida entre 165 nm. hasta 300 nm) y otro para la zona visible (comprendida entre 300 nm hasta 800 nm) donde la señal luminosa se convierte en señal eléctrica, la cual es procesada y transmitida hacia el computador mediante un software de control amigable y fácil de manejar por el usuario: Este software suele ser propiedad de cada fabricante de los equipos.

3.3 Gases

Los gases Argón, Nitrógeno y el Aire son elementos muy importantes para el funcionamiento de un ICP. A continuación, se presenta la descripción de la función de cada gas en la actividad del ICP:

3.3.1 Argón: El gas Argón debe ser de calidad especial, de alta pureza (Pureza \geq 99.996%): El argón pasa a través de los detectores, a fin de evitar su condensación en los mismos, ya que están a -40°C que es su temperatura normal de trabajo. Además de esta función, el gas Argón tiene como empleo principal la generación del plasma, bajo las tres diferentes funciones siguientes:

Flujo de Plasma: El flujo de plasma varía entre 0 a 20 litros/minuto, siendo el más usado 15l/min. para muestras acuosas y 18l/min. para muestras orgánicas. Este flujo es regulado mediante una válvula proporcional, la cual es controlada desde la PC con una resolución de 1l/min. El flujo de plasma es el que pasa por el interior de la bobina excitándose los electrones de Argón y produciendo el plasma. Así mismo, sirve para proteger a la antorcha que esta hecha de cuarzo, a efectos de evitar que se quemara debido a las altas temperaturas.

Flujo de Auxiliar: El flujo de auxiliar varía entre 0 a 2 litros/minuto, siendo el más usado 0.2l/min. para muestras acuosas y 1.5l/min. para muestras orgánicas. Este flujo es regulado mediante una válvula proporcional, la cual es controlada desde la PC con una resolución de 0.1l/min. El flujo de auxiliar sirve para mantener estable el plasma y conservarlo a una distancia adecuada del inyector.

Flujo de Nebulizador: El flujo de nebulizador varía entre 0 a 2 litros/minuto, siendo el más usado 0.8l/min. para muestras acuosas y 0.5l/min. para muestras orgánicas. Este flujo es regulado mediante un controlador de flujo con sensor de masas, la cual es controlada desde la PC con una resolución de 0.01l/min. El flujo de nebulizador sirve para impulsar la muestra nebulizada hacia el plasma y ser quemada.

3.3.2 Nitrógeno: El gas Nitrógeno debe ser de alta pureza (pureza \geq 99.999%). Es usado para purgar el sistema óptico de manera que esté lo más transparente posible a fin de evitar las interferencias o la atenuación de la señal luminosa. El Nitrógeno siempre esta fluyendo por el sistema óptico, el cual es hermético y solo tiene una salida de purga. La indicada purga de la óptica es más útil para los elementos de la zona Ultra Violeta,

debido a que en dichas longitudes de onda comprendido entre (190 a 380nm) las intensidades de los analitos son más tenues por lo que necesitan que la atmósfera esté libre de impurezas para que pueden atenuar la señal, de manera que el detector de la zona ultravioleta pueda detectar la señal.

3.3.3 Aire: El Aire no requiere ser especial, solo se necesita una compresora con una presión de 80 psig para proveer un flujo del aire de 25 litros/min libre de agua, polvo y aceite, para lo cual se usa un filtro micro poroso. Este flujo de aire es usado para cortar la cola del plasma que es una zona que produce inestabilidad en las lecturas, así como para evitar dañar algunos componentes ópticos.

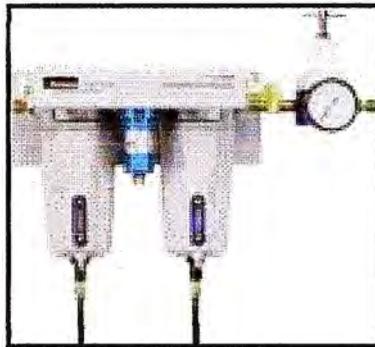


Figura 3.3 Filtro de Aire

3.4 Generación del Plasma

Para la generación del plasma, ésta se divide en dos partes: el control electrónico del generador y el generador con los accesorios para la generación del plasma.

3.4.1 Control Electrónico del Generador.

Para el control electrónico de la generación del plasma se tiene dos tarjetas electrónicas que cumplen esta función.

Tarjeta de Control de Radiofrecuencia

Tarjeta Controladora de Gases

3.4.1.1 Tarjeta de Control de Radiofrecuencia

Esta tarjeta es la parte principal para controlar, generar y mantener el plasma estable, así como para establecer la comunicación del generador con la computadora. Otra función de esta tarjeta es la de captar las señales de los sensores de seguridad antes de prender el plasma. En el caso que cualquiera de estos sensores detectaran alguna violación de la seguridad, mientras el plasma esta prendido, lo apaga automáticamente por seguridad.

Toda la tarjeta esta comandada por un microprocesador MC68332 32-bits programable, el cual captura todas las señales de los sensores y, además, de acuerdo a las órdenes que recibe del software, envía las señales a los componentes a los cuales controla.

Además, se encarga de controlar la fuente de 3,000 W para entregar al oscilador de estado sólido la potencia necesaria, en función a los requerimientos del análisis a realizar por el equipo, así como pasar los comandos hacia la tarjeta de control de gases para la variación de los flujos de gases mencionados en el capítulo 3.3. Lo que es importante precisar es que en esta tarjeta se guardan parámetros para la ignición del plasma, por lo que al momento de cambiarlo se deben de guardar estos parámetros.

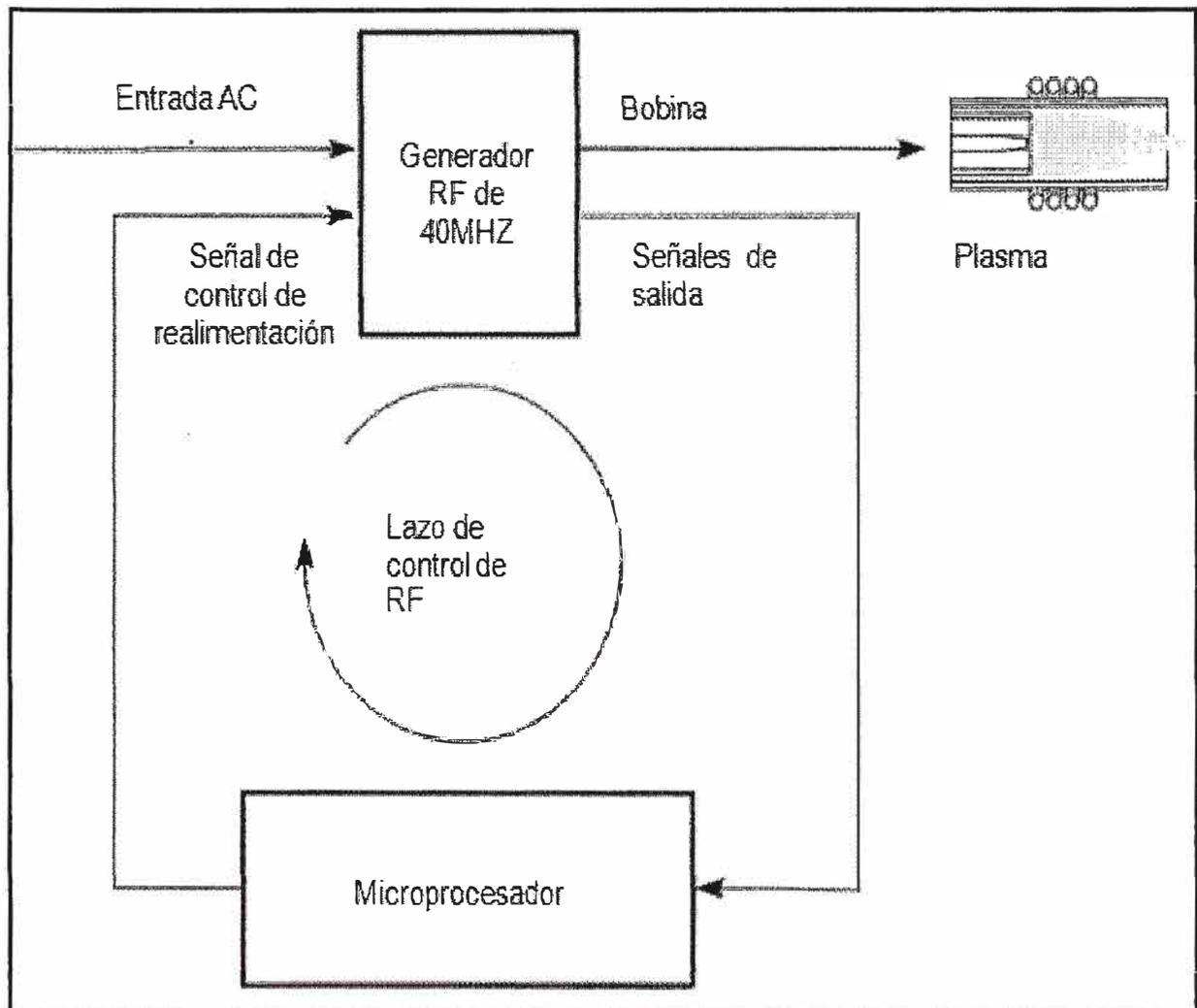


Figura 3.4.1.1 Diagrama de Bloques de Control de RF

3.4.1.2 Tarjeta Controladora de Gases.

Como se indica en el punto 3.3, en el plasma se usa el argón para tres funciones diferentes: Flujo de plasma, Flujo auxiliar y Flujo de nebulizador. Esta tarjeta se encarga de regular los flujos de los gases de Argón del plasma. Además, regula el aire que debe ingresar al compartimiento del plasma para cortar la cola de la misma. Esta regulación se realiza por medio de válvulas proporcionales. El flujo de nebulizador es regulado mediante un controlador de flujo con sensor de masa. Es muy importante la calibración exacta de esta tarjeta para evitar el envío de flujo incorrecto, lo cual ocasiona

inestabilidad en las lecturas en consecuencia perdida de precisión y exactitud en el equipo, debido a que el flujo del nebulizador influye mucho en la intensidad obtenida para cada análisis, este flujo del nebulizador depende del modelo del nebulizador, de la aplicación que se tiene en el laboratorio, del tipo de muestra y el medio en que ha sido preparado las muestras.

3.4.2 Generador

Para la generación de plasma se tiene tres componentes principales: Fuente de poder de 3,000 W, Oscilador de estado sólido e Ignitor. Además, como accesorio externo se cuenta con un sistema de enfriamiento, la cual mediante un recirculador el cual mediante un ventilador mantiene el agua a una temperatura de 18 °C, además tiene una bomba para hacer llegar agua hacia el generador, a efectos de enfriar los dos transistores de alta potencia ubicados en oscilador de estado sólido, los cuales liberan bastante calor por la alta corriente producida 22 Amperios aproximadamente, lo cual produce una potencia de 1000W para generar y mantener el plasma robusto y constante durante todo el análisis.

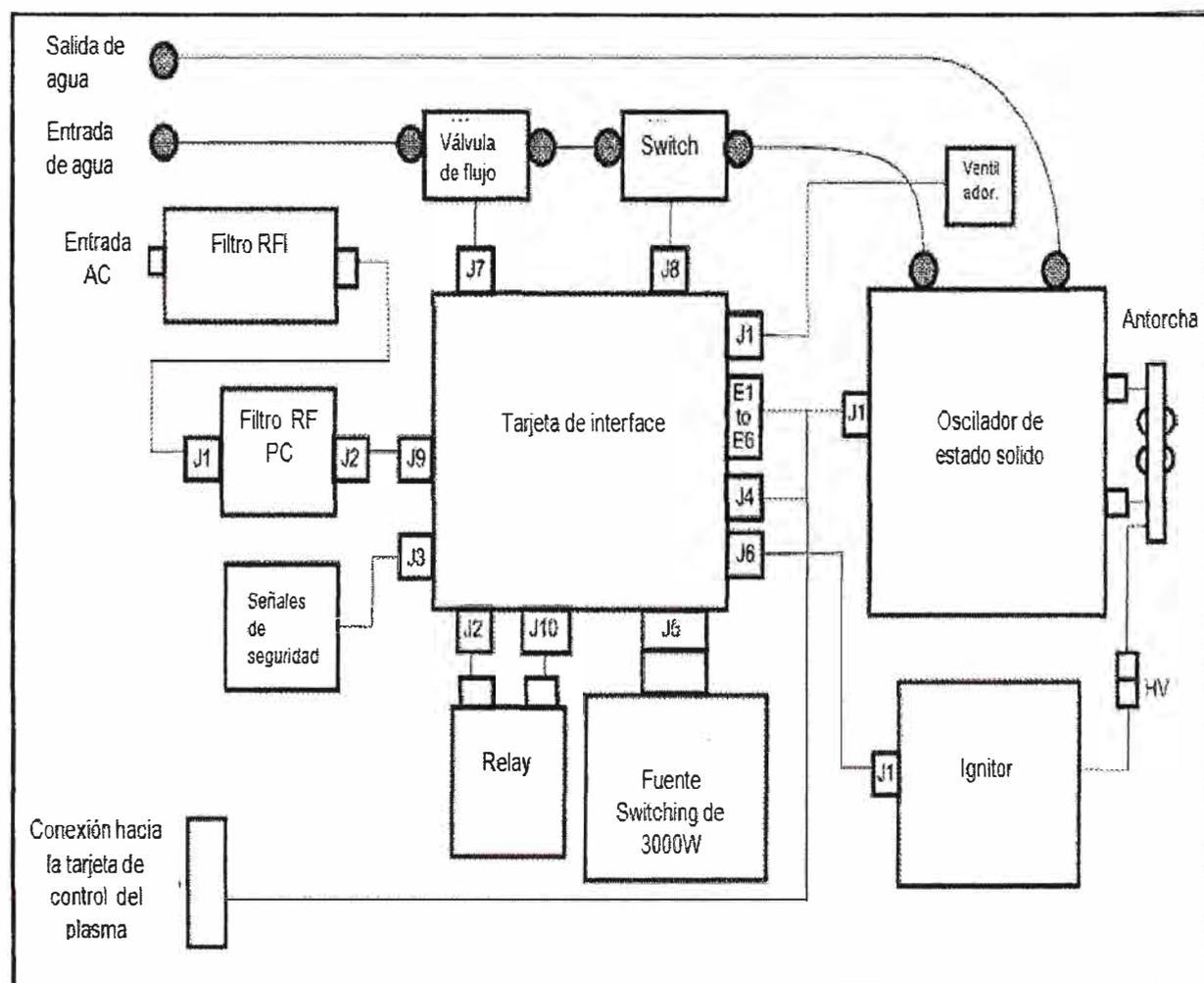


Figura 3.4.2 Diagrama de Bloques del Generador RF

3.4.2.1 Fuente de poder

La fuente de poder de 3,000 watts es una fuente modular con control de corriente y voltaje. Es una fuente controlable de 0 a 60 Amperios y de 16 a 48 voltios. El voltaje de entrada es normalmente entre 200 hasta 240 voltios de corriente alterna, con una salida de 16 a 50 voltios continuos, a 60 amperios. El voltaje y la corriente son controlados por señales lógicas provenientes de la tarjeta principal, la cual es gobernada por el usuario desde la computadora. Todo control de variación que se haga en la fuente de poder, tanto en voltaje como en la corriente, afecta directamente la salida del oscilador.

3.4.2.2 Ignitor

El Ignitor en una tarjeta impresa la cual es usada para la ignición del plasma por la generación de un alto voltaje 35,000 voltios, aproximadamente, en el momento que el gas Argón esta excitado. El funcionamiento es básicamente el siguiente: un voltaje continuo de 35 voltios proveniente de la fuente de poder carga un capacitor hasta esperar la señal de ignición. Luego se activa un transistor FET, el cual descarga el capacitor hacia un transformador de alto voltaje (HV). El transformador tiene una relación de 1:1000 lo cual transforma los 35 voltios en 35,000 voltios. Este alto voltaje es aplicado en los extremos de la antorcha donde se encuentra el gas Argón ionizado, por lo cual se produce una descarga originando una chispa con lo cual el plasma se enciende.

3.4.2.3 Oscilador de Estado Sólido.

La función del oscilador es generar 750 a 1,500 Watts de radio frecuencia a 40 MHZ. Esta energía es acoplada inductivamente con una bobina y es usada para ionizar el gas Argón en el interior de la antorcha, lo cual calienta la muestra y sirve como una fuente de fotones para que el espectrómetro lo analice.

El oscilador de estado sólido usa dos transistores de 1,300 Watt, los cuales son configurados como "free running oscillator." La frecuencia de oscilación es determinada por la inductancia y dos capacitores cerámicos, los que forman un circuito resonante de 40 MHZ aproximadamente.

Así mismo, se tiene dos capacitores cerámicos los cuales son usados para proveer la retroalimentación al circuito resonante a fin de mantener la oscilación constante durante el funcionamiento del equipo con el plasma prendido. Debido a la alta corriente con que trabajan estos transistores, los mismos se calientan mucho por lo que el ICP tiene un accesorio llamado enfriador-recirculador, el cual hace recircular el agua por los detectores para mantener a temperatura optima de trabajo de los mismos -40°C esta temperatura se logra mediante el método de Peltier, el agua en su recorrido también pasa por los dos transistores del oscilador de estado sólido para su enfriamiento respectivo. Evitando así dañar los transistores, en consecuencia el oscilador.

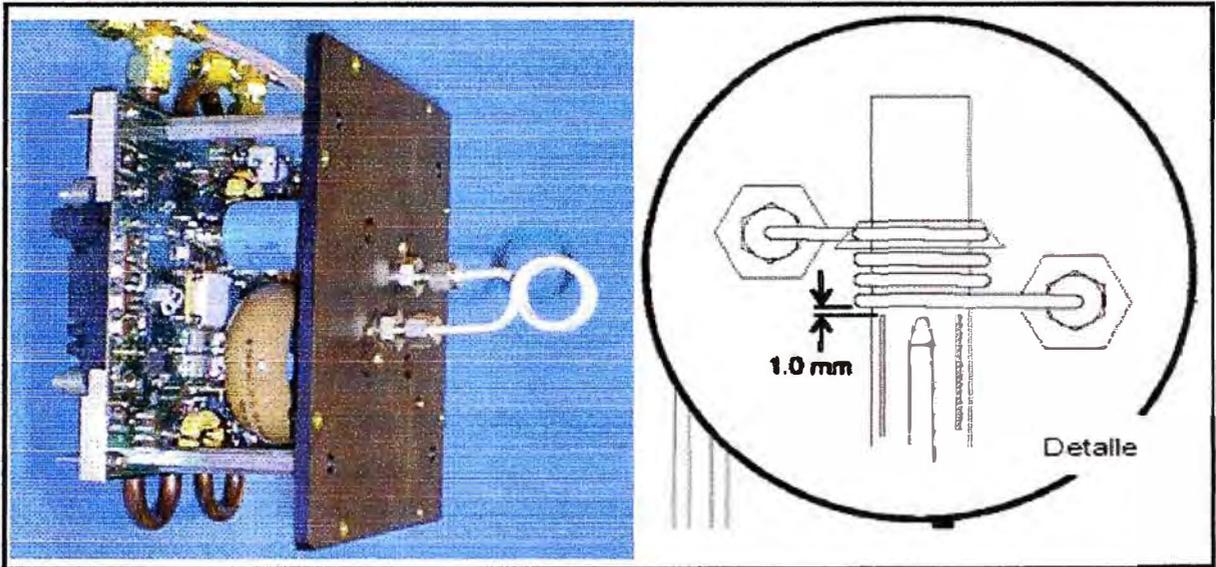


Fig. 3.4.2.3 Oscilador y Bobina alrededor de la Antorcha

3.4.3 ¿Cómo se Genera el Plasma?

El procedimiento de generación del plasma, básicamente, es el siguiente:

- Ingresar el gas Argón, por aproximadamente 60 segundos, con el objeto de purgar y eliminar todas las impurezas del interior de la bobina.
- Activar el oscilador para la generación de 40 MHz y su aplicación a la bobina.
- Generar una chispa eléctrica mediante el Ignitor (Liberación de algunos electrones)
- Obtener aceleración de electrones por el campo RF, mayor ionización (producción del plasma)
- Plasma Formado.

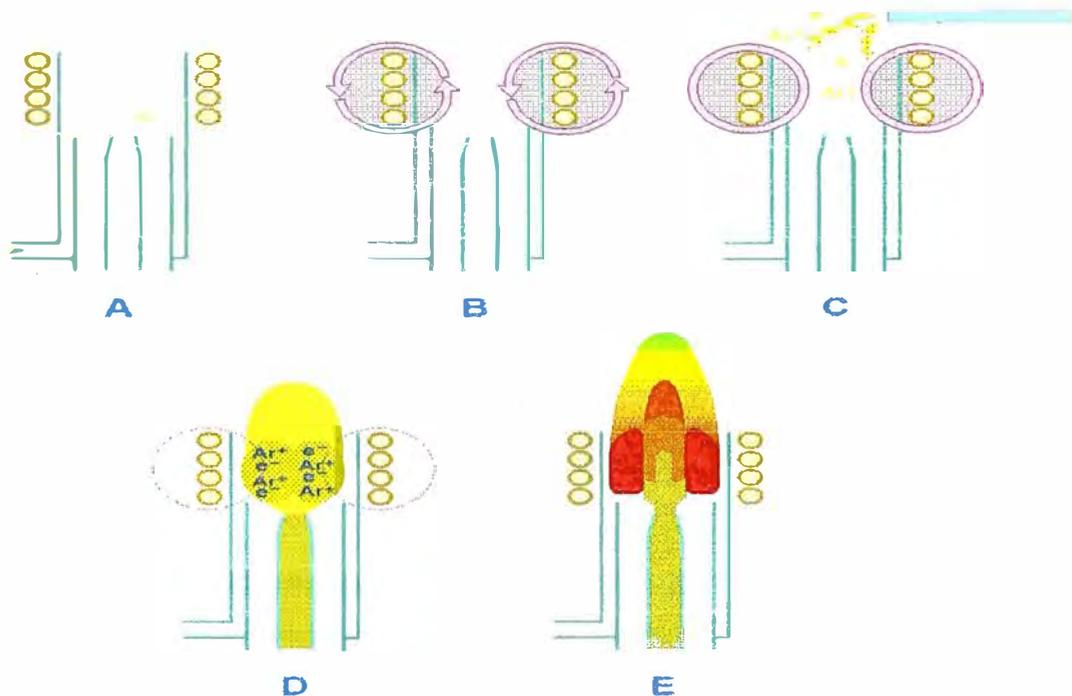


Fig. 3.4.3 Pasos para la Generación del Plasma

3.5 Introducción de Muestra

La introducción de muestra consta de las partes siguientes:

Auto Muestreador

Bomba Peristáltica

Nebulizador

Cámara

Inyector

Antorcha

3.5.1 Auto Muestreador: Es un accesorio del ICP que usando brazos robóticos se mueve hacia diferentes posiciones. Sirve para tomar la muestra de forma automática y es controlado por el usuario desde el software, el que permite generar unas tablas que indican que para un identificador de muestra específico le corresponde una posición determinada en el Auto muestreador. Existen varios tipos de Auto muestreador, los mismos que se diferencian por la velocidad en tomar la muestra o por el número de posiciones que tienen. Algunos también vienen con accesorios que permiten realizar el lavado de la línea en forma simultánea, mientras el ICP está leyendo lo cual hace reducir el tiempo de lectura entre muestra y muestra, permitiendo aumentar la productividad.

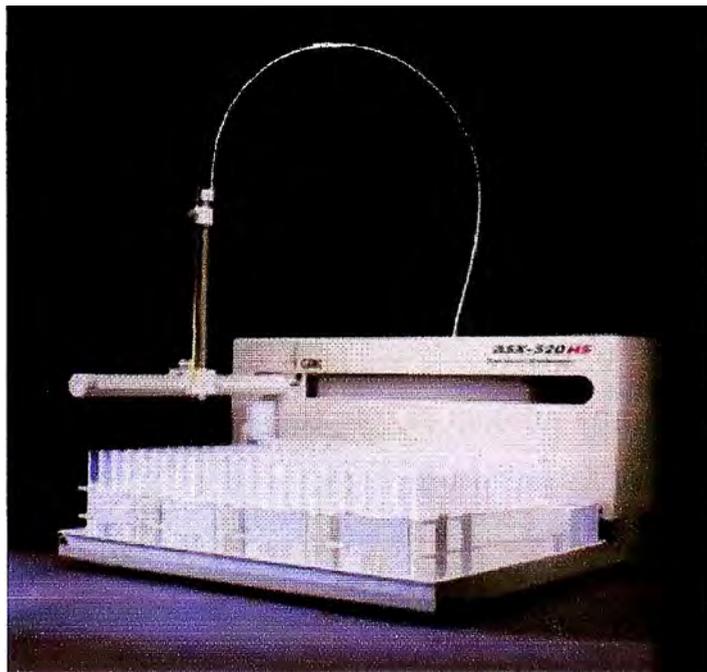


Figura 3.5.1 Auto Muestreador

3.5.2 Bomba Peristáltica: Es un accesorio usado en el ICP que al girar genera un vacío en las mangueras de muestras y drenaje, forzando a ingresar la muestra hacia el nebulizador y a la muestra sobrante proveniente de la cámara es dirigida hacia un bote donde se acumula el para luego ser desechada adecuadamente.

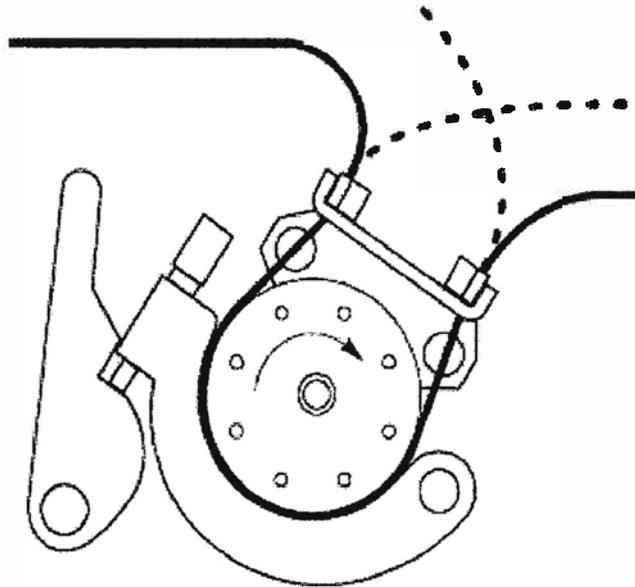


Figura 3.5.2 Bomba Peristáltica

3.5.3 Nebulizador: Es un accesorio cuya función es nebulizar la muestra, es decir, convertir lo que al ingreso es un flujo de muestra en líquido y que a la salida sean en gotas muy pequeñas que casi se parece a un gas, que es llamado muestra nebulizada.

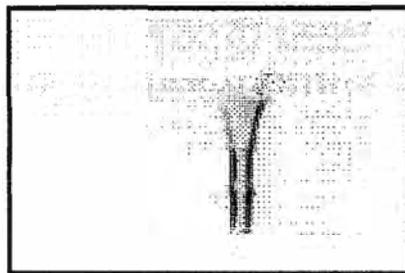


Figura 3.5.3 Nebulizador

3.5.4 Cámara: Luego que la muestra pasa por el nebulizador entra a la cámara para filtrar las gotas más grandes y dejar salir sólo la muestra en forma de gas para ser dirigida hacia el plasma.

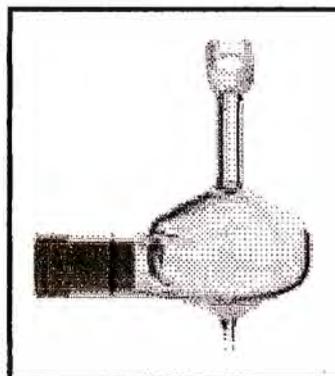


Figura 3.5.4 Cámara de mezcla

3.5.5 Inyector: Tiene por función ingresar la muestra en gas proveniente de la cámara y llevarla hacia el plasma.



Figura 3.5.5 Inyector

3.5.6 Antorcha: Es un accesorio de cuarzo y en cuyo interior se genera el plasma.

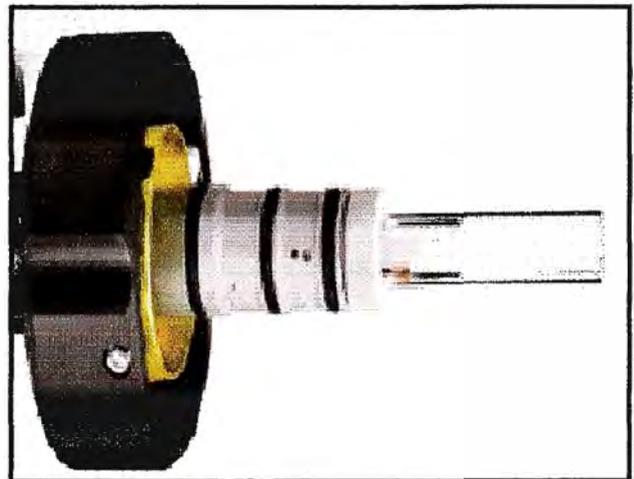
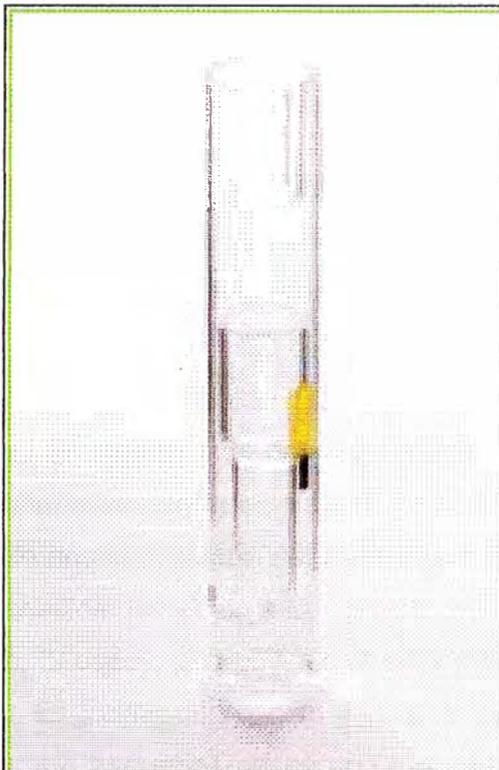


Figura 3.5.6 Antorcha y bloque de antorcha

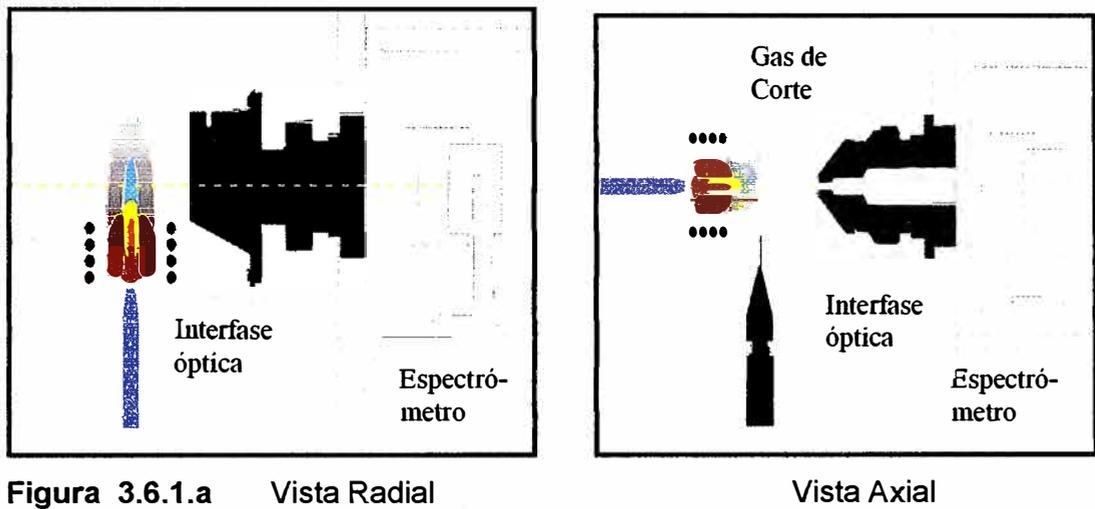
3.6 Espectrofotómetro

El espectrofotómetro se divide en las dos partes siguientes: Sistema óptico y la Parte electrónica.

3.6.1 Sistema Óptico

Existen ICP que cuentan con doble vista radial y axial y otras que tienen una sola vista radial. La vista axial capta la intensidad directamente del plasma y la vista radial absorbe la intensidad por la parte lateral del plasma. Estas dos vistas son excluyentes, no se puede trabajar con las dos al mismo tiempo, razón por la cual depende de la aplicación para usar la vista radial o la vista axial. Debido a que en vista axial se obtiene mayor intensidad que en la vista radial, en una relación aproximada de 10: 1, y, ello involucra para el análisis químico que con la vista axial se pueda leer trazas con concentraciones más bajas que con vista radial. Para esta selección de vistas se tiene un

espejo móvil en la parte interna del sistema óptico, el mismo que es controlado desde el software.



El sistema óptico se puede dividir por etapas:

La óptica de transferencia: Está formada por el precitado espejo móvil y por un espejo que posibilita direccionar la luz hacia el modulo de entrada.

Módulo de entrada.- Consta de los tres componentes principales siguientes:

- El mecanismo del slit controlado por la computadora, la cual permite elegir tres aberturas pequeñas de alta, normal y baja resolución. A su vez, sirve para que solo pase un ancho pequeño del espectro, a fin de evitar la interferencia de los espectros de otros analitos que están muy cerca al analito de nuestro interés
- El espejo parabólico que sirve para concentrar la luz.
- El grating que consta de líneas muy densas 79 líneas/mm. Esta cantidad de líneas son como pequeños pasos uno tras otro, lo cual ocasiona múltiples difracciones del rayo de luz policromática incidente, separándolo en diferentes longitudes de onda y dirigiéndolo hacia módulos de detección, en el cual se tiene la ecuación (3.6.1)

$$n\lambda = d(\sin \alpha \pm \sin \beta) \dots \dots \dots (3.6.1)$$

Donde "n" es el orden óptico, "λ" es la longitud de onda, "d" es la distancia entre las ranuras del grating, "α" ángulo de incidencia y "β" "ángulo de difracción.

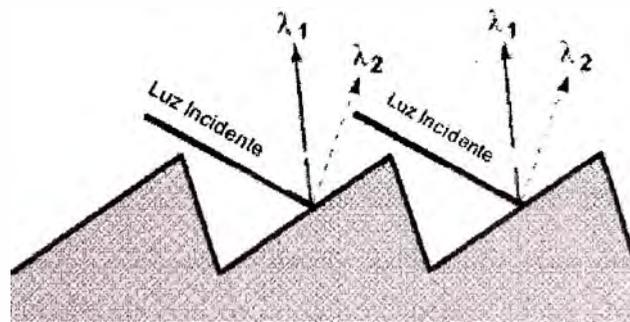


Figura 3.6.1.b Líneas de Difracción del Grating

Módulo Visible (VIS): Consiste de un prisma, un lente y un detector visible. El prisma recibe la luz proveniente del grating y separa la luz en longitud de ondas más definidas. Luego, el lente se encarga de dirigir la luz hacia el detector de rango visible.

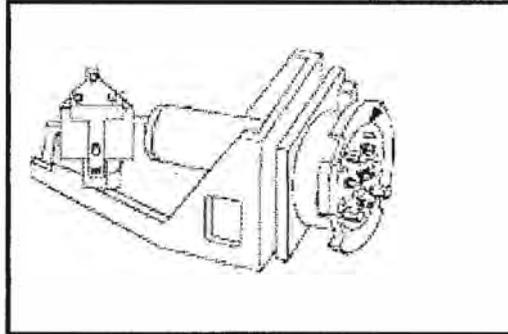


Figura 3.6.1.c Módulo Visible

Módulo Ultravioleta (UV): Consiste principalmente de un espejo dispersor, un espejo focalizador, dos espejos planos y el módulo del detector UV. El espejo dispersor separa la luz ultravioleta y la luz visible: Este espejo tiene 374 líneas/mm. lo cual, conjuntamente, con el grating logran separar y discriminar mejor la luz policromática en diferentes longitud de onda y dirigirlas al detector de rango UV.

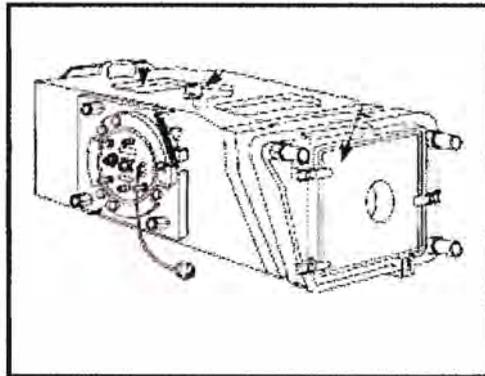


Figura 3.6.1.d Módulo Ultravioleta

Estabilización de la Óptica: El sistema óptico tiene un sistema de estabilización de longitud de onda, el cual es controlado por sensores de temperatura y presión: Es por esta razón que al prender el equipo se debe esperar un aproximado de 5 horas para el calentamiento de la óptica y poder lograr estabilizar la temperatura a $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, con lo que se logra evitar la humedad en los espejos y tener mejor resolución.

Detector (CCD): Es un chip con una superficie 13 mm por 19 mm. En su superficie el chip tiene una serie de sub-arreglos lineales como píxeles, en un número de 25,600. Los píxeles son áreas foto sensitivas de alto rendimiento. Toda la superficie del detector está herméticamente sellada por silicona que no absorbe la luz UV y el interior está lleno de gas Argón, a fin de evitar la condensación del aire. Debido a su alta eficiencia el detector

CCD tiene una buena señal de salida en todo el rango de longitud de onda que trabaja el instrumento (eficiencia de transferencia de 0.99995).

Los sub arreglos lineales están posicionados en el detector en posiciones x-y, lo que corresponde a la posición deseada de las líneas de emisión generadas por el sistema óptico. Adicionalmente, los detectores están a una temperatura de -40°C y esto se logra con un sistema de enfriamiento con el método Peltier.

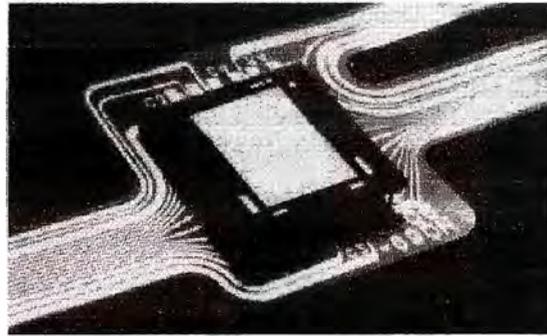


Figura 3.6.1.e Detector CCD

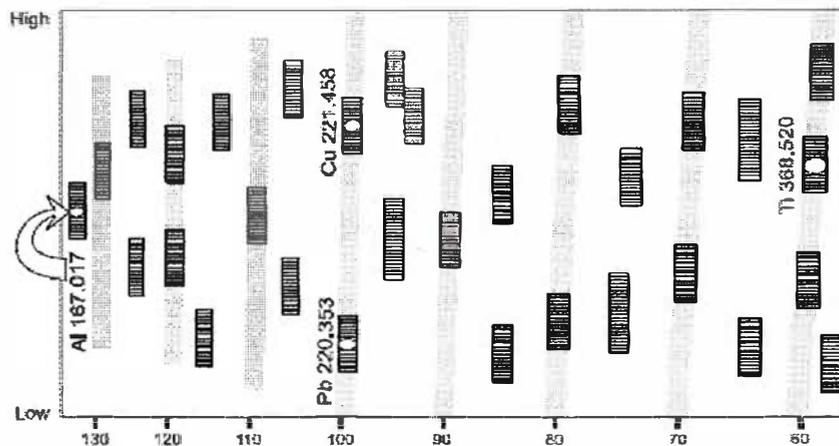


Figura 3.6.1.f Representación del Detector y la posición de algunos elementos para una determinada orden

3.6.2 Captura de los Fotones y Procesamiento Electrónico de la Señal

3.6.2.1 Captura de los Fotones

Dependiendo del modelo de equipo y del rango de longitud de onda, el número de sub arreglos varía. El sub arreglo consta de tres áreas: Área foto sensitiva, Registro de almacenamiento y Registro de salida, tal como se muestra en la Figura 3.6.2. Al costado de cada sub arreglo se encuentra la interfase electrónica de salida y la interfase lógica. En este sentido, como cada sub arreglo tiene su propia interfase lógica, ésta puede ser direccionada y leída individualmente. Toda la interfase lógica, la interfase electrónica y los registros están cubiertos para evitar exposiciones a radiaciones indeseadas que puedan interferir y dar resultados erróneos.

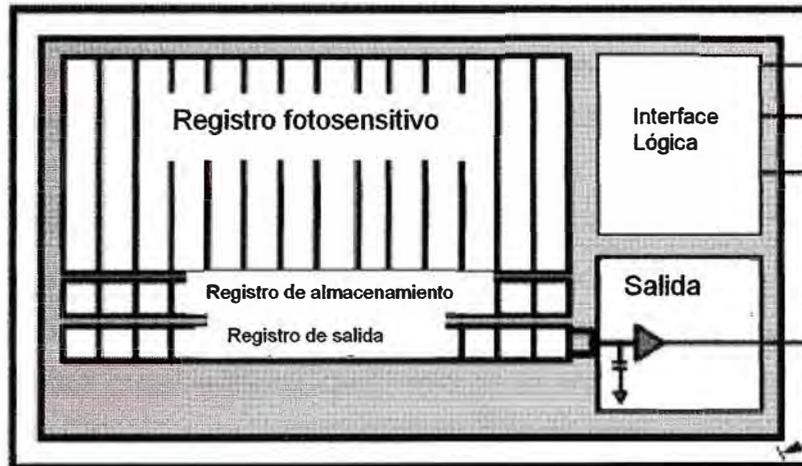


Figura 3.6.2.1.a Sub Arreglo del Detector

Los fotones chocan con el registro de foto sensitiva e inmediatamente son convertidos en fotoelectrones y sacados de la superficie, siendo llevados al registro de almacenamiento donde son guardados como una carga eléctrica. El tiempo de integración es el período de tiempo que los fotoelectrones son permitidos acumularse en el registro de almacenamiento. Cuando el tiempo de integración se completa, la carga en el registro de almacenamiento es transferida hacia el registro de salida, mediante un cambio en el potencial eléctrico. La carga del registro de salida es desplazada hacia la interfase electrónica de salida donde es amplificada y enviada hacia el procesamiento electrónico. En la figura 3.6.2.1.b. se muestra la sección transversal del detector,

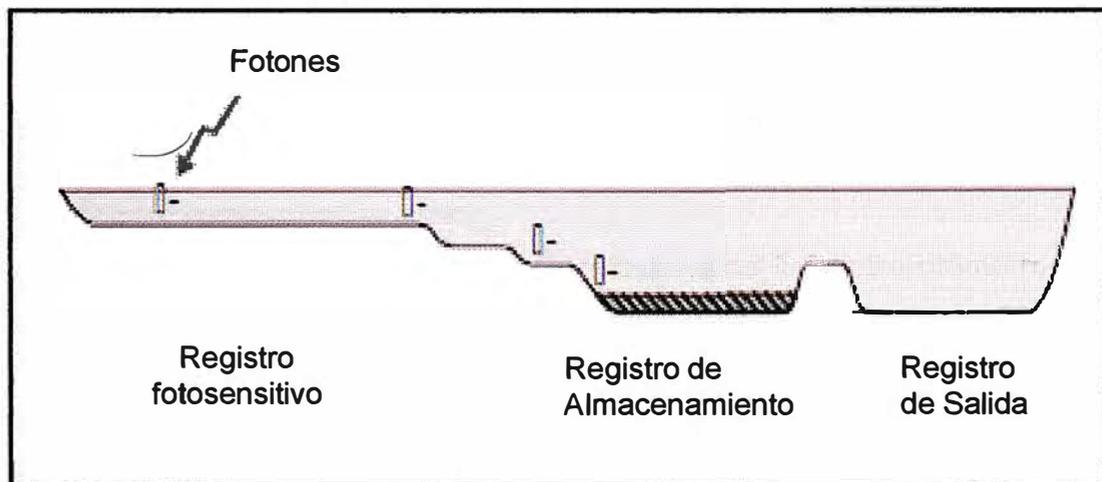


Figura 3.6.2.1.b Almacenamiento de los Fotoelectrones durante la integración

3.6.2.2 Procesamiento Electrónico de la Señal.

Para el procesamiento de la señal se cuenta con tres tarjetas electrónicas: dos tarjetas de detectores, una de las cuales es para el detector ultravioleta y la otra tarjeta para el detector visible; la tercera tarjeta es la de adquisición de datos, la misma que recibe la señal de las dos tarjetas de detectores para procesarla y el software.

Tarjeta de Detectores: Son dos tarjetas ubicadas una en cada detector. Su principal función es tomar la descarga de registro de salida del detector y enviar esta señal hacia la tarjeta de adquisición de datos debidamente sincronizada.

Tarjeta de Adquisición de Datos: Sirve como interfase entre los dos detectores. Tiene dos funciones principales: Primero, el control lógico de los detectores UV y VIS y, segundo, la conversión de datos de la salida de los dos detectores. Para transferir la carga acumulada en los detectores se necesita sincronizar, para lo cual se requiere que los niveles de voltaje que funcionan como reloj sean enviados hacia las tarjetas de los detectores. El propósito de esta tarjeta es generar esos voltajes de reloj y manejar estas señales a través de un cable coaxial de 1 metro hacia los detectores.

En la computadora existe otra tarjeta de interfase que puede ser para enlace IEEE o Ethernet, que genera su propio control lógico del tiempo. Esta tarjeta envía la señal de reloj hacia la tarjeta de adquisición de datos, a través de optocouplers, con lo cual se elimina el ruido generado en el CPU por la interconexión con la tarjeta de adquisición de datos y sus accesorios. Esta coyuntura se genera cuando la tarjeta de adquisición de datos y la tarjeta de la computadora tienen diferentes fuentes de alimentación y diferentes conexiones a tierra, razón por la cual resulta recomendable usar una línea de voltaje estabilizada que alimente al equipo y la computadora con la misma conexión a tierra.

Software: Casi tan importante como el ICP, es el software que controla el ICP, pues, a través del mismo, el analista se comunica con el instrumento. Además, hay que tener presente que, un software bueno y potente no es solo para controlar el instrumento sino que tiene que permitir optimizar los métodos, lo cual incluye seleccionar los parámetros correctos para los análisis. Igualmente, el software debe posibilitar reportar los resultados, para lo cual debe contar con herramientas que permitan que los resultados puedan ser interpretados por el usuario.

3.7 Funcionamiento en Conjunto del Generador y del Espectrofotómetro.

El generador y el espectrofotómetro pueden analizarse y tratarse de forma separada, dado que trabajan independientemente. Uno de ellos puede estar encendido y el otro apagado. Así mismo, para el diagnóstico se puede tratar a los dos equipos autónomamente, porque cada uno tiene su software de diagnóstico por separado. No obstante lo indicado, trabajando cada uno por separado no serían de utilidad para las diversas aplicaciones en que se les requiere, tanto en laboratorios de minería para efectos de realizar su propio control, así como para los laboratorios comerciales que hacen análisis y brindan servicios a terceros.

En el generador es donde se origina propiamente la generación del plasma con todo lo que esto implica: el control de los gases, sistema de refrigeración, el oscilador que genera

la oscilación a 40MHZ. Con el plasma generado se tiene la muestra, la cual dependiendo del estado en que originalmente se encuentre debe ser tratada con un proceso químico, con el propósito de tenerla como solución homogénea y libre de partículas que puedan ocasionar la obstrucción de la línea de muestra.

Si la muestra originalmente es una solución, no necesita ningún tratamiento químico y se analiza directamente. En el tema de introducción de muestra que lo hace un poco más complicado, pero ya depende de las aplicaciones usuario que trabaja con el equipo debe tener mucho cuidado porque la mayoría de causas para una lectura errónea se encuentra en esta parte del equipo. Luego que la muestra pasa por la Bomba Peristáltica ingresa al Nebulizador, donde se transforma en gotitas tan pequeñas que parecen gas. Seguidamente, en la Cámara se puede atrapar alguna gotas relativamente grandes que pasaron el Nebulizador, por lo que a la salida de la Cámara, la muestra es prácticamente un gas para ingresar al Inyector y, posteriormente, al plasma donde es quemado a altas temperaturas, debido a lo cual la muestra emite luz policromática.

Al tener la luz emitida por los analitos, ésta luz ingresa al Sistema Óptico en vista radial o vista axial, dependiendo de la aplicación, pasando por el Slit para definir un ancho de longitud de onda y evitar interferencia. Luego, la luz es concentrada para que llegue al Grating, donde se separa en las diferentes longitudes de onda, de manera de ser dirigidos a los módulos de detección, sea ultravioleta o visible, donde son separados con mejor exactitud en las longitudes de onda deseadas, sin interferencias y dirigidos al píxel correspondiente en el detector. En el detector la luz es acumulada y enviada hacia la tarjeta de adquisición de datos donde se procesa y se envía a la computadora, para luego mediante un software se pueda visualizar la intensidad obtenida para cada analito, la cual se muestra en un pico de forma gaussiana, siendo la intensidad neta el área del pico.

En la Figura 3.7 se presenta una grafica del pico del fierro que fue leído como muestra. Por lo que se observa, la intensidad de 473694.6 cuentas y concentración 193.2 ppm, es una muestra de geología y del lugar donde se extrajo la muestra es muy probable se efectúe su futura explotación minera con buenos resultados para el inversionista, quien con estos resultados y tomando muestras de diferentes puntos del área de terreno de su interés puede hacer un cálculo aproximado de la cantidad de reserva de mineral existente en dicho lugar, lo cual le servirá para evaluar si es viable la inversión y la cantidad de dinero a invertir para poner en marcha el proyecto de explotación minera. Por otro lado estos resultados obtenidos y reportados en la lecturas del ICP son de mucho interés para los clientes en caso de los laboratorios comerciales y en caso de la minera todos los procesos que involucra la extracción del mineral es un cliente interno del laboratorio existente en cada mina en explotación activa y están a la espera de los resultados de

análisis para saber si el proceso es eficiente y productivo, con lo cual el porcentaje de recuperación del mineral es alto, caso contrario tendrán que hacer ajustes en el proceso para evitar seguir perdiendo mineral valioso que es el objetivo y negocio principal de una empresa minera.

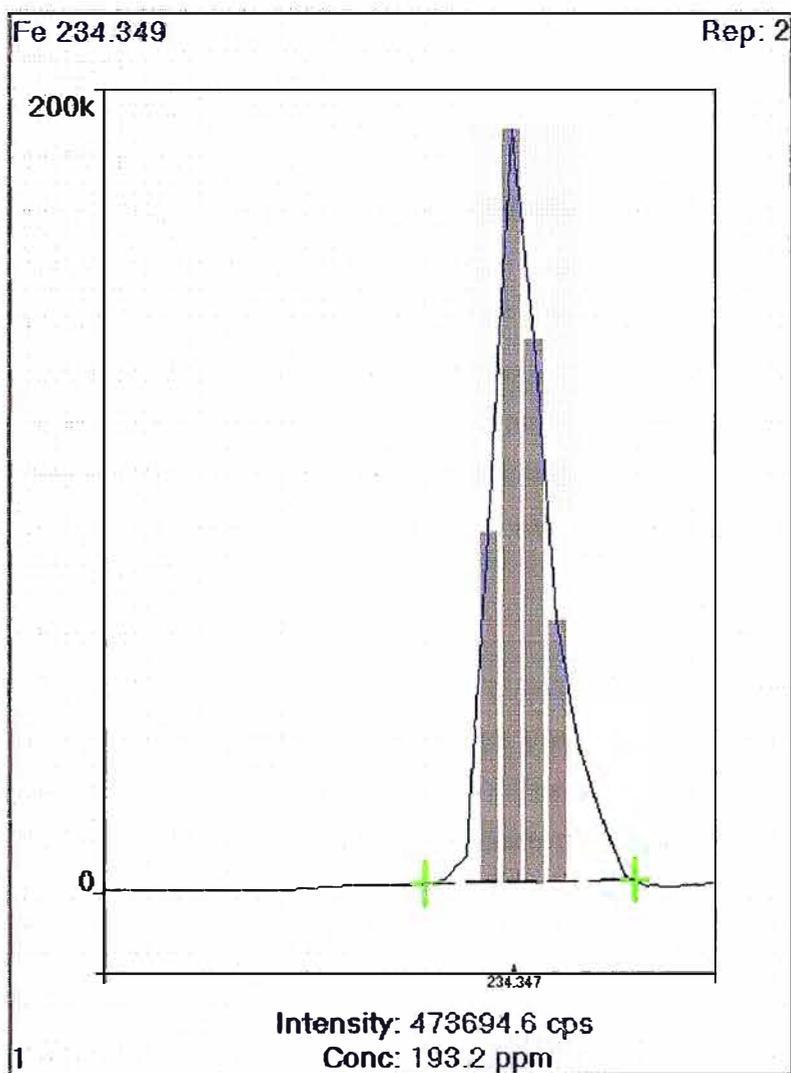


Figura 3.7 Espectro del Fe para la Longitud de Onda 234.25 nm

CAPITULO IV

RESULTADOS

4.1 Análisis de Minerales

Los minerales de geología son muestras sólidas los cuales deben ser disueltos en ácido y diluidos para evitar la saturación antes de entrar al ICP. Este proceso se llama digestión acida que puede ser realizado por el método tradicional usando planchas o, alternativamente, usando un equipo llamado horno de microondas. Después de este proceso se obtiene la muestra en solución. Si se tiene muestras líquidas provenientes de los tanques de tratamiento para la extracción del mineral o de los relaves para el control ambiental, este líquido normalmente contiene partículas, por lo cual necesita realizarse digestión acida para disolverlas.

En la minería, también, se realiza análisis de aguas de ríos, a efectos de tener control de la contaminación. En este caso, solo es necesario agregar el medio ácido en un nivel bajo para el análisis y disolver las pequeñas partículas presentes en la muestra. Además, luego de la preparación de la muestra para el análisis de minerales se debe tener en cuenta las interferencias, debido al complejo espectro de emisión que estos presentan. Para corregir estas interferencias se debe usar el Slit más pequeño, debiendo especificar que, además, existen técnicas manejadas por el software que ayudan a controlarlas.

4.2 Calibración

La calibración es la creación de una curva de calibración, para lo cual se necesita estándares de calibración, los cuales son soluciones preparadas por las empresas que están dedicadas a éste rubro. Normalmente se encuentran en frascos de 1 litro con una concentración de 1,000 ppm, a partir de cual se diluye y se prepara los estándares con las concentraciones necesarias.

Para el desarrollo del presente método, que son en la mayoría de los casos entre 1 ppm a 50 ppm, dependiendo del elemento y la sensibilidad del equipo para cada elemento, estos datos son conocidos y los fabricantes de los instrumentos proporcionan tablas de sensibilidad. Para el caso del ICP, se puede preparar multiestándares, es decir, una sola solución con varios elementos, pero se debe tener cuidado con los elementos inestables que puedan reaccionar en la solución lo cual variaría la concentración y ocasionaría una calibración errónea, así como, también, se debe evitar interferencias originadas por otras

líneas de espectros cercanos a la línea de interés.

El blanco que define la línea base debe de ser el medio donde se digesta la muestra, por ejemplo 25 % de HCl para muestras geoquímicas, el método EPA utiliza 2% de HCl más 2% de HNO₃, así se corrige los efectos de contaminación por reactivos. Como el ICP es lineal, en un amplio rango, solo con un punto de calibración es suficiente, pero algunos usuarios usan varios estándares. En lo posible se debe realizar la igualación de matrices de los estándares con la de las muestras. A continuación, se registra un ejemplo de curva de calibración en un ICP.

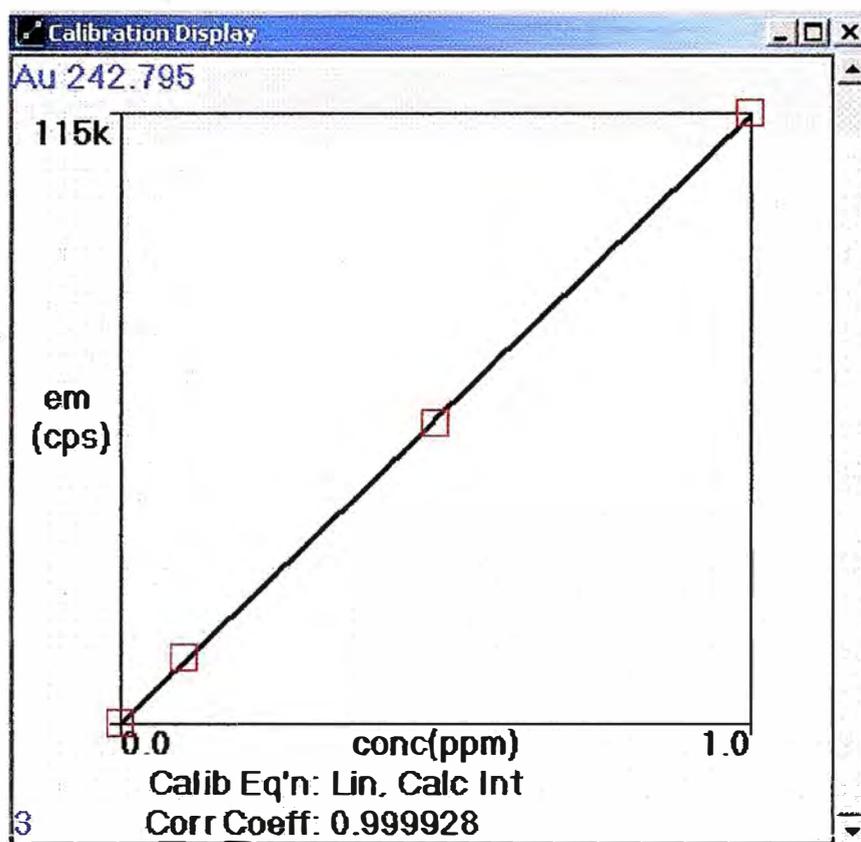


Figura 4.2 Ejemplo de Curva de Calibración con 3 Estándares de Au

4.3 Lecturas

En esta parte se presenta los resultados registrados de todos los pasos para el análisis, desde la calibración hasta la lectura de una muestra. En este caso se trata del análisis de 3 elementos: Paladio, Platino y Oro, colocando mayor énfasis en el análisis del Oro que es el mineral valioso. Es un método desarrollado e implementado específicamente para estos tres elementos, pero, tal como se señaló anteriormente, el ICP esta diseñado para leer hasta 78 elementos en el rango Ultravioleta y en el rango Visible de manera simultánea. De los cuales en el detector solo se activan las celdas fotosensitivas de los elementos predeterminadas en el método., que son los elementos de interés para el usuario del equipo.

Blanco

Tabla N° 4.3.a Blanco

Mean data:	Calib Blank 1			
Analyte	Intensity	Std. Dev	RSD	Conc. Units
Pd 340.438	-467	100.4	21.50%	[0.00] ppm
Pt 265.945	-50.6	64.61	127.63%	[0.00] ppm
Au 242.795	-364.3	4.44	1.22%	[0.00] ppm

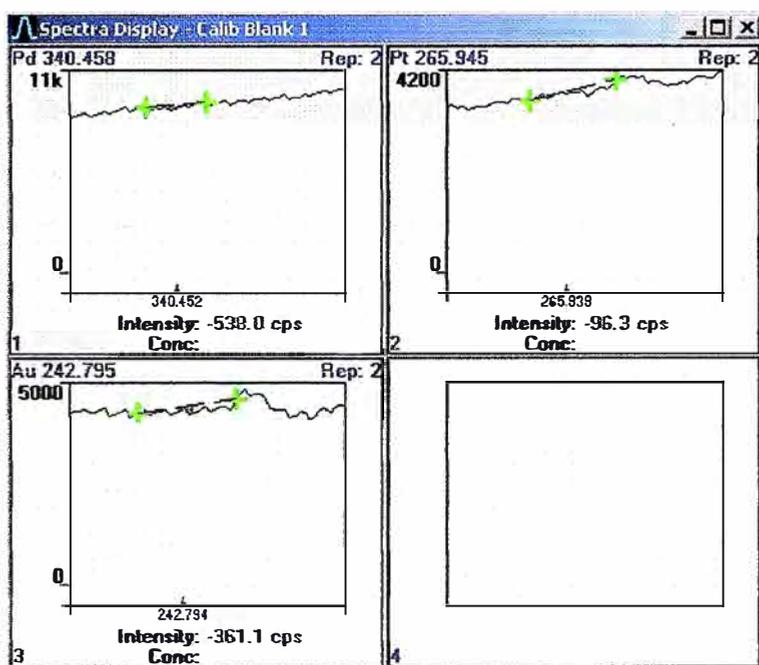


Figura 4.3.a Blanco

Como se puede apreciar en la grafica de espectro de los tres elementos se observa la línea base de cada uno de ellos, lo cual significa que ese valor es el punto de referencia del equipo para hacer la curva de calibración. El blanco en la calibración es muy importante porque aparte de definir la línea base también define el medio en la que fue introducida la muestra para disolver las partículas metálicas.

Estándar 1

Tabla N° 4.3.b Estándar 1

Mean data:	STD - 1			
Analyte	Intensity	Std. Dev	RSD	Conc. Units
Pd 340.438	7903.5	167.93	2.12%	[0.10] ppm
Pt 265.945	1792.3	50.60	2.82%	[0.10] ppm
Au 242.795	12225.2	326.34	2.67%	[0.10] ppm

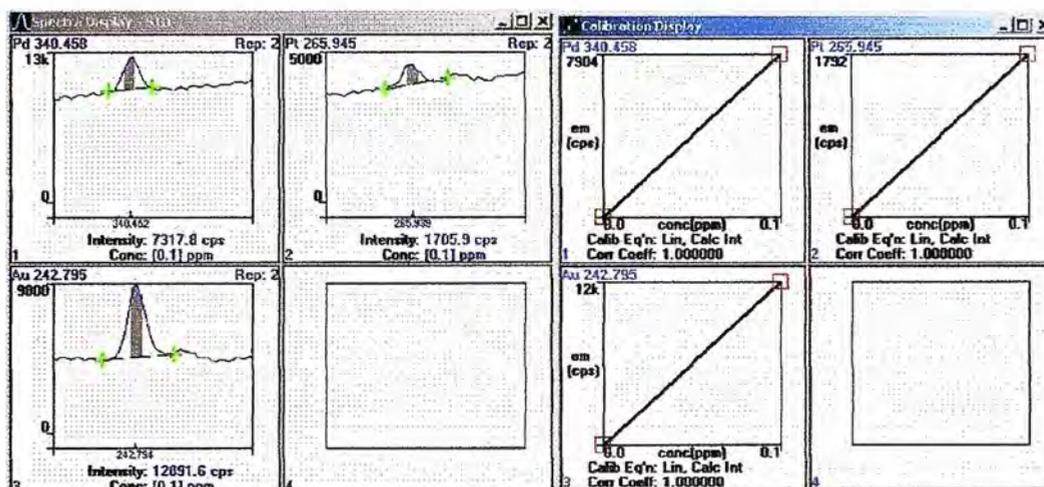


Figura 4.3.b Estándar 1

Esta grafica muestra el valor de intensidad obtenido para una concentración de 0.1ppm de estándar de cada analito: Paladio, Platino y Oro, en la cual se puede ver el pico obtenido por cada analito con su intensidad respectiva, y brinda el primer punto de la curva de calibración.

Estándar 2

Tabla N° 4.3.c Estándar 2

Mean data:	STD - 2			
Analyte	Intensity	Std. Dev	RSD	Conc. Units
Pd 340.438	36904.7	94.57	0.26%	[0.50] ppm
Pt 265.945	8201.2	186.0	2.27%	[0.50] ppm
Au 242.795	56456.1	571.97	1.01%	[0.50] ppm

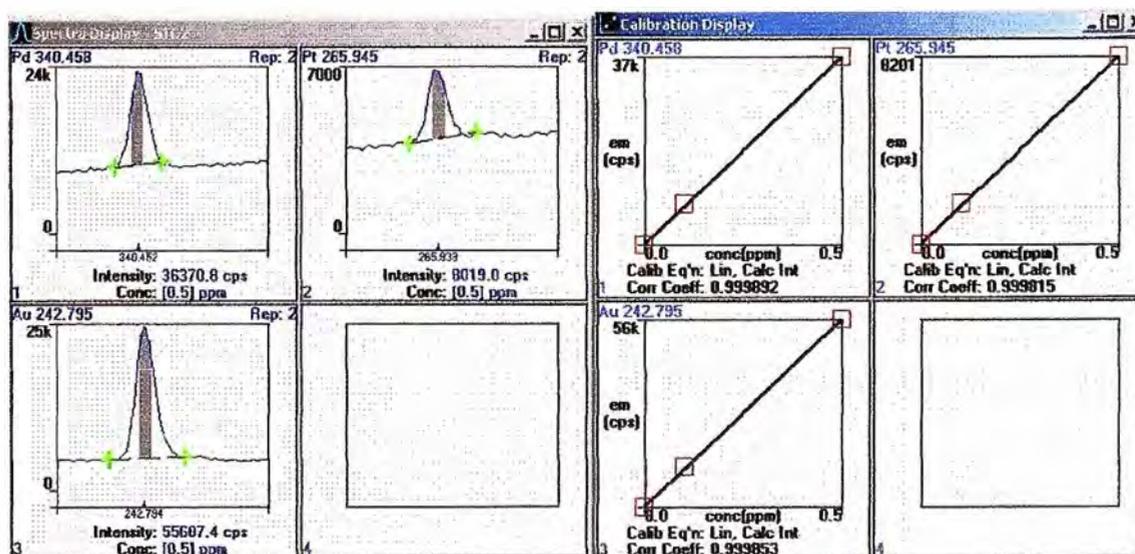


Figura 4.3.c Estándar 2

Estándar 3

Tabla Nº 4.3.d Estándar 3

Mean Data:	STD - 3			
Analyte	Intensity	Std. Dev	RSD	Conc. Units
Pd 340.438	73778.8	1040.68	1.41%	[1.00] ppm
Pt 265.945	16739.0	130.89	0.78%	[1.00] ppm
Au 242.795	114649.5	712.10	0.62%	[1.00] ppm

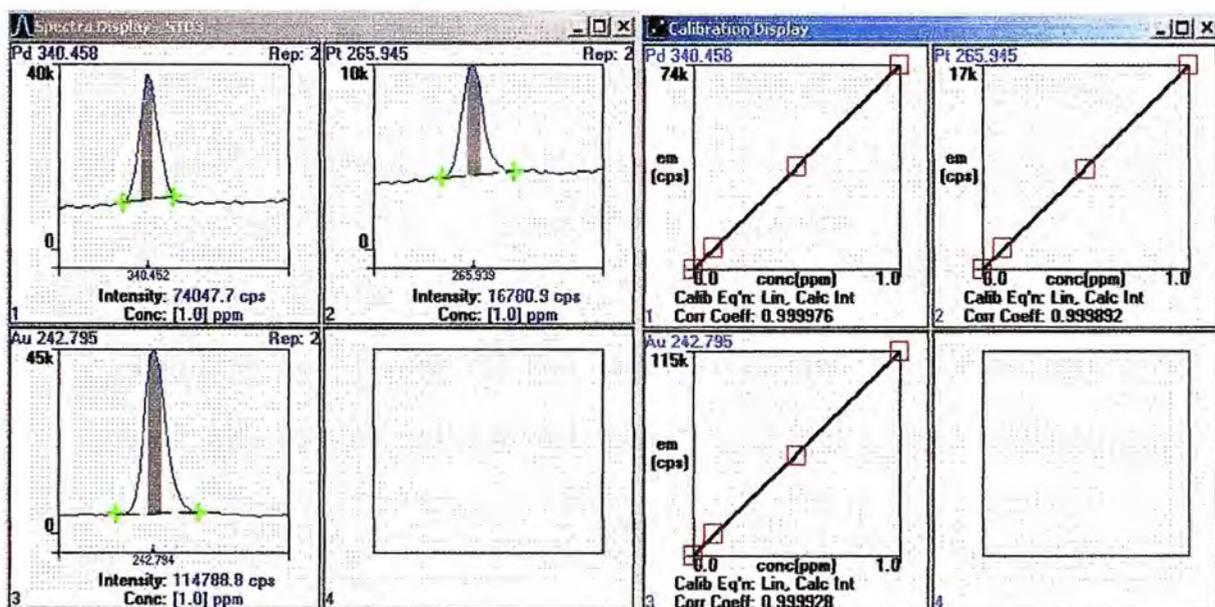


Figura 4.3.d Estándar 3

Estándar 4

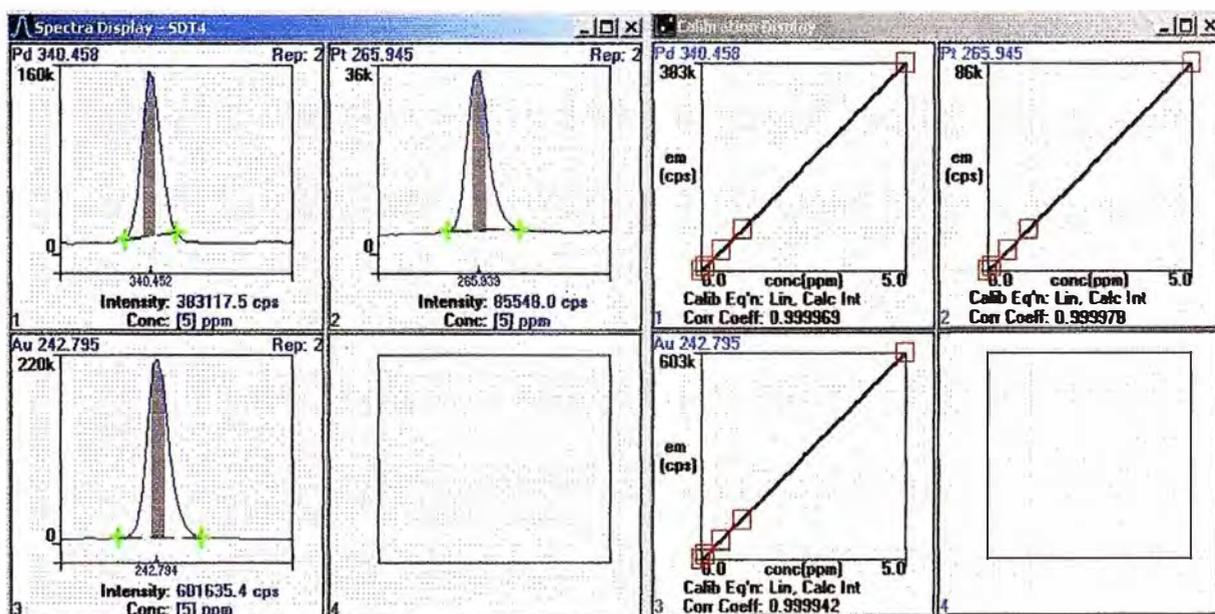


Figura 4.3.e Estándar 4

Tabla N° 4.3.e Estándar 4

Mean Data:	STD – 4			
Analyte	Intensity	Std. Dev	RSD	Conc. Units
Pd 340.438	332783.0	1133.45	0.30%	[5.00] ppm
Pt 265.945	85920.8	455.67	0.53%	[5.00] ppm
Au 242.795	602694.5	982.67	0.16%	[5.00] ppm

Luego de leer los 4 estándares, se tiene los 4 puntos de calibración que definen la función de calibración, la misma que servirá para el cálculo de la concentración de las muestras por interpolación en la curva, procedimiento que lo realiza el software.

Muestra

Tabla N° 4.3.f Muestra

Mean Data:	FAI – PTS – 3	Calib.	Sample	
Analyte	Intensity	Conc. Units	STD. Dev.	Conc. Units
Pd 340.438	186771.9	2.45 ppm	0.001	[2.45] ppm
Pt 265.945	41630.5	2.43 ppm	0.001	[2.43] ppm
Au 242.795	293054.1	2.44 ppm	0.001	[2.44] ppm

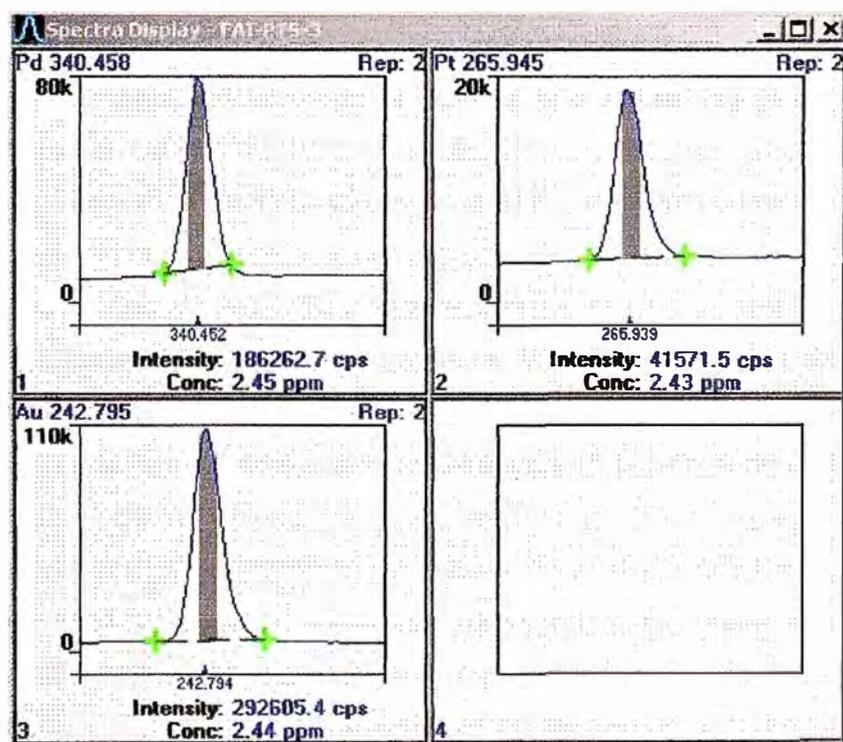


Figura 4.3.f Muestra

Aquí se observa la lectura de una muestra después de la calibración respectiva. La concentración que se obtiene en la curva de calibración, por ejemplo, para el oro es la siguiente: En la calibración para 5 ppm se tiene una intensidad de 602694.1 y en la lectura de muestra una intensidad de 292605.4, realizando la interpolación en la recta.

Para el Oro

$$C_{Au}=(5\text{ppm}\cdot 292605.4)/602694.1=2.44 \text{ ppm}$$

Para el Platino

$$C_{Pt}=(5\text{ppm}\cdot 41630.5)/85920.8=2.43 \text{ ppm}$$

Para el Paladio

$$C_{Pd}=(5\text{ppm}\cdot 186771.9)/382783.0=2.44 \text{ ppm}$$

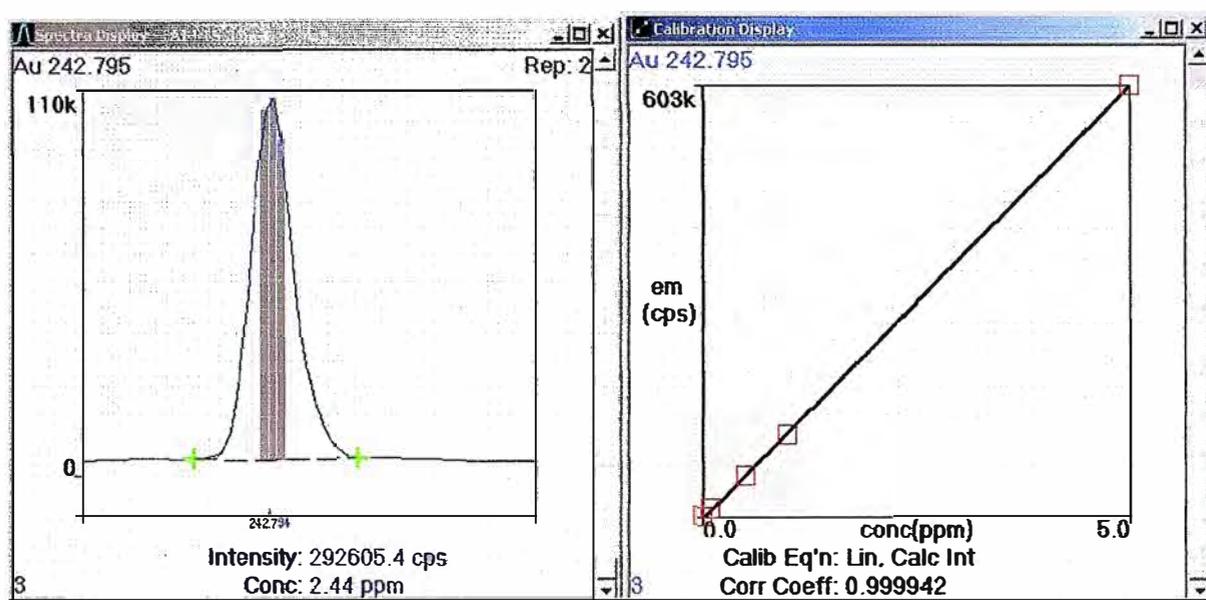
Al respecto, se toma como referencia un solo punto por la linealidad del ICP y se obtuvo el mismo valor que el software. Para el ICP, solo es necesario un punto de calibración, y si se efectúa con más estándares se obtiene un coeficiente de correlación >0.9999 .

4.4 Análisis de los Resultados

Tal como se aprecia en el acápite 4.3, la intensidad se cuantifica como el área del pico del espectro obtenido de cada elemento, ahora dependiendo de la concentración de la muestra se puede cambiar el número de puntos de integración por pico variando así la intensidad, en el método por defecto viene de 3 puntos de integración por pico, pero se puede personalizar de acuerdo a las necesidades del usuario. En el ejemplo aplicado solo fueron 3 elementos, pero, se debe reiterar que el ICP puede leer hasta 78 elementos de manera simultánea.

Los resultados obtenidos son en ppm, la cual es una unidad de peso sobre volumen (ug/L). De acuerdo a los resultados alcanzados y su evaluación correspondiente, en la minería se toma decisiones. Si es muestra de geología y se encuentra una concentración alta, entonces se inicia la explotación minera. Si es muestra de los tanques de concentración, entonces de acuerdo a los resultados se puede medir la eficiencia del proceso y si es necesario hacer algunos cambios. Si se tiene muestras de relave, para lo cual existen límites máximos permisibles, se procede a su tratamiento. Por ejemplo, en Minera Yanacocha, el límite máximo de oro permitido en el relave es 0.020 ppm, el cual ingresa a las plantas de tratamiento de agua donde se purifica el agua, para ser liberado al medio ambiente sea para riego o ganadería. Si está por encima de este límite se reingresa el relave al proceso para extraer más mineral. El relave es analizado cada cierto periodo de tiempo, aproximadamente, cada 4 horas, con lo cual se asegura un proceso eficiente de recuperación del mineral al mismo tiempo que protegemos el medio ambiente con relaves que tienen poco mineral. En la actualidad la minería formal tiene

que cumplir de acuerdo a exigencias por parte del estado peruano que el agua de relave debe de ser tratado siguiendo un riguroso proceso de purificación antes de ser enviado a los ríos debiendo ser apto para la agricultura, la ganadería e inclusive para el consumo humano sin producir daños en la salud.



Au 242.795	293054.1	2.44 ppm	0.001	2.44 ppm
------------	----------	----------	-------	----------

Figura 4.4.a Lectura de Oro

En la figura 4.4.a se ve la lectura de una muestra que contiene Au, en la cual en lado izquierdo se ve el espectro generado por la muestra en la longitud de onda 242.795 que es línea principal del oro en todo en rango de detección del ICP, de acuerdo al espectro obtenido, el software calcula la intensidad; La regla seguida por el software para este cálculo de la intensidad es definido por el usuario, puede ser calculado por altura del espectro o por el área bajo la curva del mismo, para calcular el área se tiene que definir el número de puntos de integración, en este caso se ha elegido el cálculo mediante el área del espectro usando tres puntos de integración, que es lo recomendado por los fabricantes de instrumentos analíticos de plasma inducido. En la misma figura 4.4.a en el lado derecho se muestra la curva de calibración para el oro realizado al inicio del análisis, con estándares sintéticos de concentración conocida como se explicó en el punto 4.2. En este caso se usó cuatro puntos de calibración, aunque en un ICP solo se necesita de un punto por la linealidad característica del instrumento, es por eso que con una sola curva de calibración se puede realizar lecturas para muestras con concentraciones bajas del orden de los 0.01 ppm hasta concentraciones altas. Lo cual no ocurre en la técnica de absorción atómica, donde los análisis de las muestras son

confiables hasta una concentración menor al 110% del valor del mayor estándar de la curva de calibración, Las muestras con valores por encima del 110% deben ser diluidas para su análisis y obtención de resultados confiables..

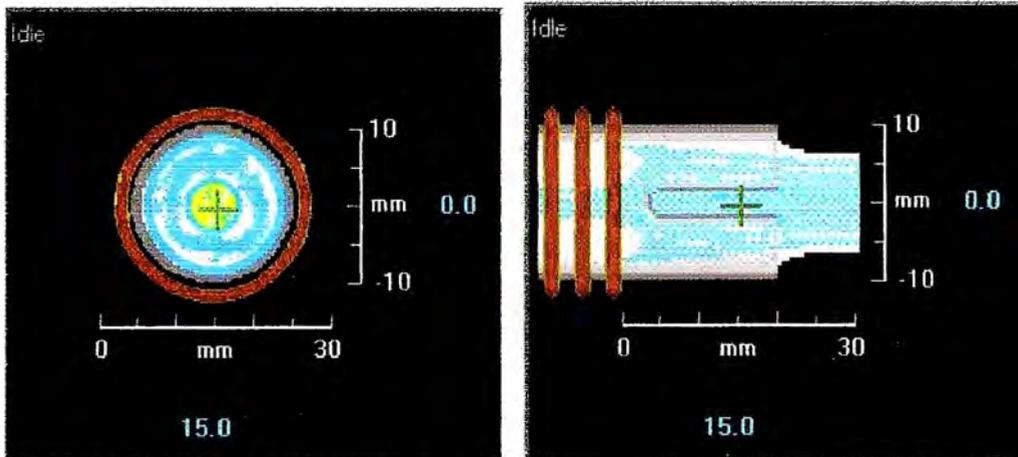


Figura 4.4.b Vista Axial y Vista Radial vistos en el Software para la Calibración

En la figura 4.4.b se muestra las dos vistas disponibles radial y axial para el análisis en el ICP, la figura mostrada específicamente es lo que se muestra en el software. Sirve para realizar la alineación de ambas vistas y obtener mayor intensidad, con lo cual se logra bajar los límites de detección que es un parámetro importante en el análisis de minerales. Esta optimización se hace con 1ppm Manganeso debido a que su línea principal está casi en el centro del rango de detección, el instrumento lo hace automáticamente comandado por el software moviendo un motor con lo cual varía el puntero que se muestra en la figura: en la vista axial hace un barrido en las dos dimensiones X e Y, en la vista radial solo varía el valor de Y, Para los valores X e Y que encuentra la máxima intensidad, se guardan esos parámetros tanto para la vista axial y radial. Se hace esta alineación cada vez que se hace mantenimiento de la antorcha.

CAPITULO V

ANALISIS DE MERCADO Y COSTOS.

5.1 Marcas en el Mercado.

Actualmente en el mercado se tiene varias marcas y modelos de Espectrofotómetros ICP. Entre las marcas más representativas e importantes que se usan en nuestro país se puede mencionar las siguientes. Perkin Elmer, Varian, Thermo Orión, Spectro.

A continuación, se presenta las principales características de cada una de ellas:

Perkin Elmer Series 7000

Dos detectores SCD, una para Visible y otra para UV.

Monocromador con alta resolución 80 líneas/mm

Rango de lecturas desde 167 nm hasta 800 nm

Oscilador de estado sólido para la generación del plasma y enfriamiento con agua, con potencia de salida de 750 a 1,500 Watts

Límites de detección bajos.

Doble vista para más aplicaciones.

Lectura simultanea multi-elemento hasta 73 elementos.

Sistema de introducción de muestra rápido de armar y manipular por el usuario.

Sistema único de corte de plasma para evitar interferencias.

Control de calidad mediante parámetros QC manejado desde el software.

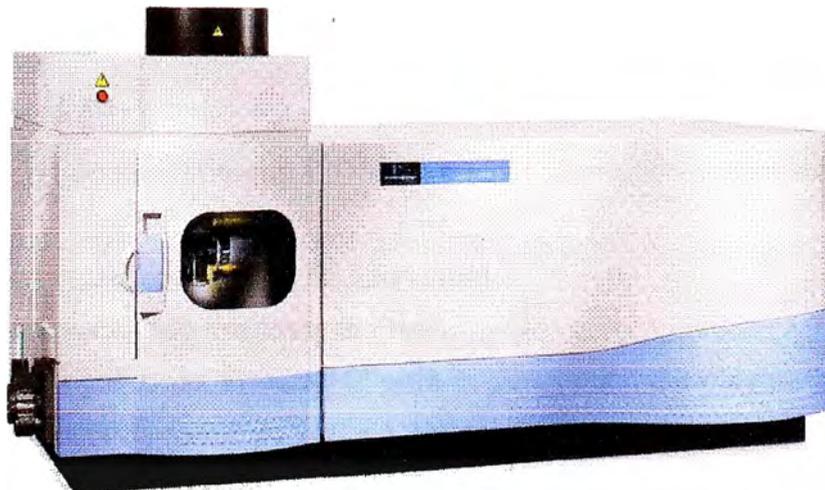


Figura 5.1.a ICP 7300 DV Perkin Elmer

Varian Series 700

Un solo detector CCD, una para Visible y UV personalizado de acuerdo a la aplicación.

Monocromador con resolución media

Rango de lecturas desde 167 nm hasta 785nm

Tubo RF para la generación del plasma y enfriamiento por aire.

Límites de detección bajos.

Doble vista para más aplicaciones pero tiene que cambiar accesorios.

Lectura simultanea multi-elemento.

Sistema de introducción de muestra independiente para vista axial y radial.

No usa corte de plasma para evitar interferencias.

Control de calidad mediante parámetros QC manejado desde el software.

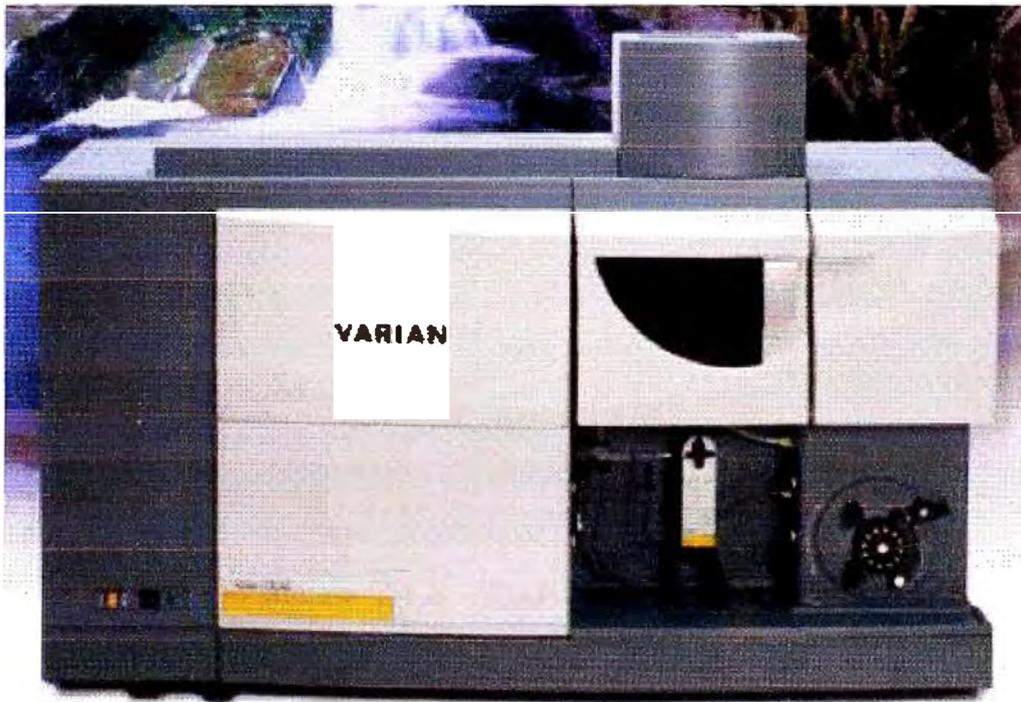


Figura 5.1.b ICP 720 ES Varian

Thermo Serie ICAP 6000

Un solo detector de alto rendimiento CID86 chip (CID dispositivo por inyección de carga) para Visible y UV

Monocromador con resolución media 52 líneas/mm

Rango de lecturas desde 166 nm hasta 847nm

Oscilador de estado sólido de 27.12 MHz para la generación del plasma y enfriamiento por agua. Con potencia de salida de 750 a 1,350 Watts

Límites de detección bajos.

Doble vista para más aplicaciones.

Lectura simultanea multi-elemento.

Sistema de introducción de muestra con mas accesorios y poco amigable para el usuario.

No usa corte de plasma para evitar interferencias.

Control de calidad mediante parámetros QC manejado desde el software.

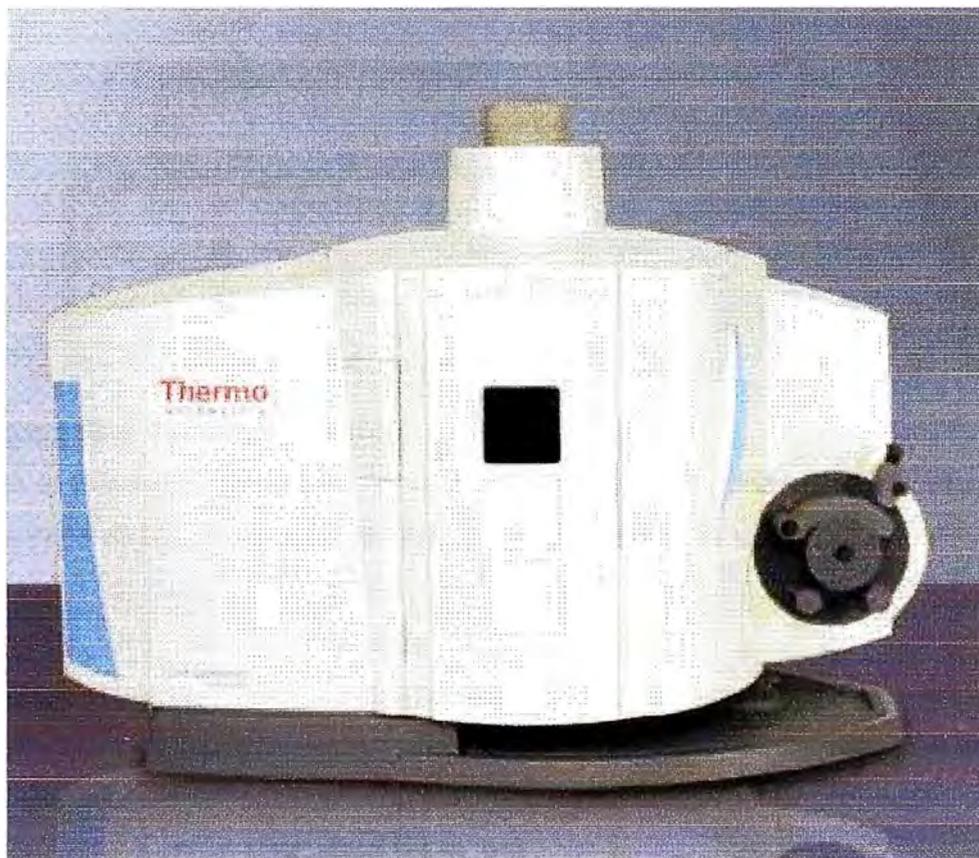


Figura 5.1.c ICAP 6500 – Thermo

Spectro – Génesis

Un solo detector CCD para Visible y UV, no necesita enfriamiento.

Monocromador con resolución media 52 líneas/mm

Rango de lecturas desde 175 nm hasta 777 nm

Oscilador de estado sólido de 27.12 MHz para la generación del plasma y enfriamiento por agua. Con potencia de salida de 700 a 1,700 Watts

Límites de detección bajos.

Doble vista para más aplicaciones opcional de modo excluyente.

Lectura simultanea multi-elemento.

Sistema de introducción de muestra fácil de manipulación

No usa corte de plasma para evitar interferencias.

Control de calidad mediante parámetros QC manejado desde el software.

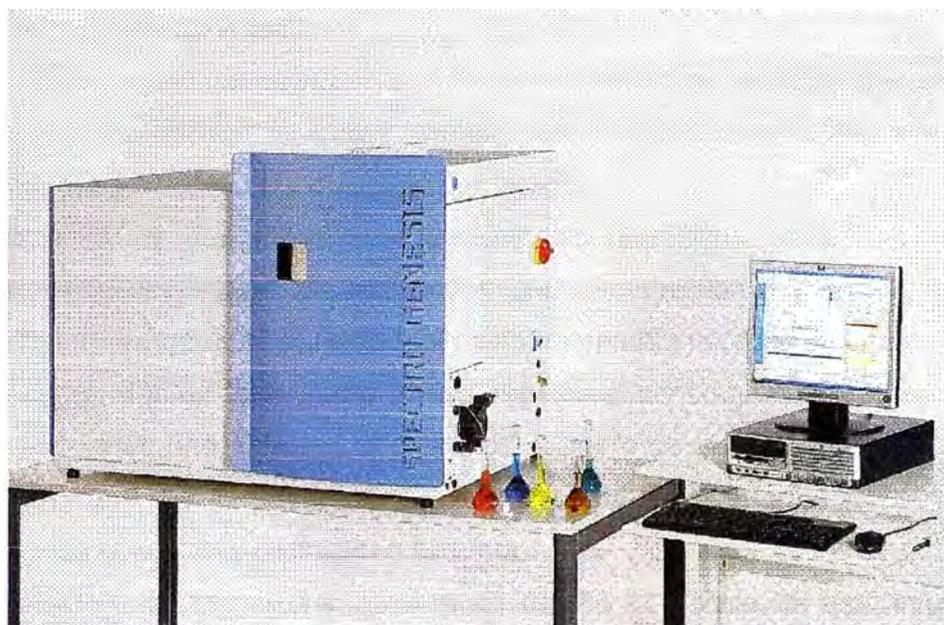


Figura 5.1.d Génesis –Spectro

5.2 Mercado y Posicionamiento

En el mercado peruano se tiene las marcas presentadas, e incluso algunas más, dentro de las cuales existen marcas líderes que son las más usadas por los clientes, por diversas razones tales como: precio, rendimiento, versatilidad, compatibilidad con las aplicaciones y necesidades del usuario.

De acuerdo a la experiencia laboral adquirida en el área de instrumentos analíticos, cabe mencionar como marca dominante en el mercado a Perkin Elmer, con la serie óptima 5,000 y 7,000; varían con la serie 700. Además, se tiene, en menor proporción las marcas Thermo, Spectro, Agilent, GBC, Shimadzu, etc.

A continuación se registra un gráfico donde se aprecia el posicionamiento que tienen las diferentes empresas proveedoras en el mercado de ICP Óptico.

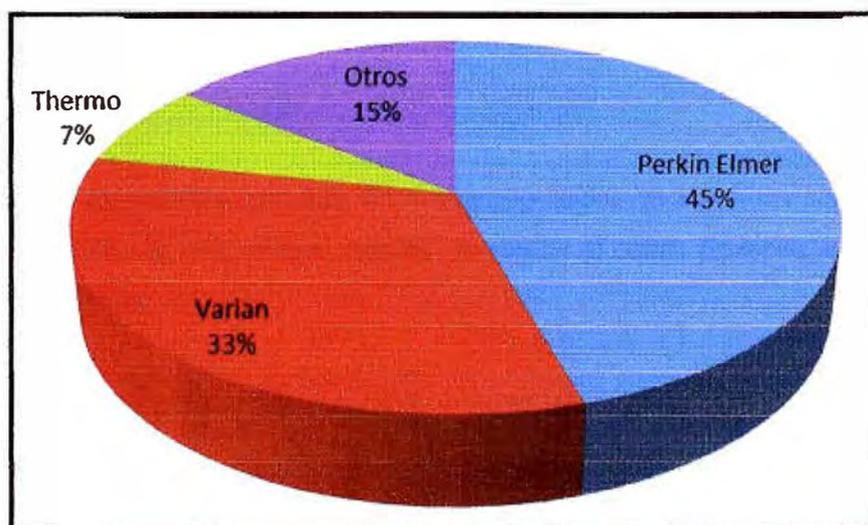


Figura 5.2.a Posicionamiento en el mercado de las diferentes marcas de ICP.

5.3 Inversión y Rentabilidad.

Como todo negocio e inversión que hace una empresa, siempre prevalecen los criterios de tratar de obtener la mayor rentabilidad y, sobre todo, calcular el tiempo aproximado de recuperación de la inversión por realizar

Los rubros materia de requerimiento o desembolso financiero, entre otros, son los siguientes: el precio del equipo, los accesorios que se necesitan, el acondicionamiento del ambiente donde se instalará el equipo, el costo de operación (el costo que se necesita para que el equipo trabaje tales como gases, reactivos, consumibles), el costo que se paga para la lectura de una muestra, el costo del número de muestras que se lee en un determinado tiempo. Para el efecto, se utilizará como fuente la información obtenida de un laboratorio muy conocido y prestigioso en Lima.

El análisis considera los ingresos y egresos en un día y, a base de esta información, tratar de obtener el tiempo aproximado de recuperación de la inversión y su rentabilidad.

Costo del equipo: 100,000 dólares

Accesorios: 15,000 dólares

Acondicionamiento del ambiente: 10,000 dólares

Inversión inicial: Costo del equipo + Accesorios + Acondicionamiento del ambiente = 125,000 dólares

En lo referente a los costos operativos se tiene lo siguiente:

Egresos:

Costo del personal para todo el proceso: 700 dólares

Consumibles y logística: 2,300 dólares

Ingresos:

El costo por muestra es aproximadamente de 10 dólares.

El promedio diario de producción y de acuerdo al mercado es 400 muestras

Ingreso diario: Costo de la muestra x Promedio diario de producción = 4,000 dólares.

De acuerdo a los ingresos y egresos diarios proyectados se tiene un saldo operativo de 1,000 dólares diarios, el mismo que resulta de restar el rubro Egresos al rubro Ingresos proyectados. En efecto:

$\text{Ingresos} - \text{Egresos} = 4,000 - (700 + 2,300) = 1,000 \text{ dólares}$

Ahora bien, considerando la inversión inicial de 125,000 dólares y el saldo operativo de 1,000 dólares diarios, la inversión se recuperaría aproximadamente en 125 días,

(125,000/1,000), es decir, entre 5 a 6 meses, considerando algún margen para la cobertura de imprevistos.

De acuerdo a este análisis de costos, se podría afirmar que el negocio de realizar la compra de un ICP y entrar al negocio del análisis de metales, sería bastante rentable. No obstante, cabe puntualizar que, para que las proyecciones tengan viabilidad se requiere, entre otros, lo siguiente: Tener una cartera de clientes estable, tener un control de calidad eficiente que asegure un resultado de análisis real, ofrecer adecuada garantía y confiabilidad a los potenciales clientes para que encarguen sus análisis, brindar resultados oportunos, ya que de estos resultados depende el precio de venta de los minerales para las empresas mineras

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El trabajo ha permitido conocer como se relacionan la óptica y la electrónica para poder llegar a diseñar instrumentos analíticos, versátiles compactos y de alta precisión que permiten a los laboratorios de las minerías y laboratorios comerciales conocer con precisión la concentración exacta de minerales presente en la naturaleza, sea como metal precioso para su explotación tales como el oro, plata, zinc, fierro, plomo etc, ó sea, como metales contaminantes tales como el arsénico, mercurio, plomo etc.

1. En el caso de absorción atómica es usado cuando se quiere analizar pocos elementos debido a que se lee de uno en uno por que el detector sólo es capaz de detectar una sola longitud de onda a la vez. Si se tendría que leer muchos elementos en una misma muestra se demoraría mucho tiempo y se consumiría numerosa muestra. Como fuente de luz se usa lámparas de cátodo hueco o de descarga de cada elemento, las cuales emiten luz en varias longitudes de onda característica de cada elemento. En absorción atómica se puede usar como flama o como horno de grafito. La principal diferencia de estas dos técnicas es: que en flama se lee muestras con concentraciones del orden de ppm (partes por millón) y en horno de grafito ppb (partes por billón) que en su mayoría es usado para el análisis de medio ambiente, alimentos y análisis clínico (plomo en la sangre).

2. En el caso de los instrumentos de Plasma acoplado inductivamente - Espectrofotómetro de emisión óptica ICP-OES, es usada para un rango más amplio de espectro que en el caso de absorción atómica, por lo cual hay elementos que, únicamente, se pueden analizar en ICP, tales como el azufre, fósforo. Así mismo, se observó la forma como se genera el plasma usando el gas Argón y un oscilador de estado sólido, con lo cual se genera una frecuencia de 40 MHz. El plasma nos sirve para quemar la muestra y lograr que emita la luz policromática que luego en el sistema óptico son separados en longitudes de onda característico de cada elemento y son dirigidos hacia el modulo de detección correspondiente sea UV o VIS. Con sus detectores respectivos donde los fotones captados son convertidos en señal eléctrica, luego es procesada y enviada a la PC para ser mostrada en el software de control. El ICP es usado en el análisis de minerales para el control del proceso, control de calidad, medio

ambiente y geología en las exploraciones mineras por lo cual tiene mucha aplicación en nuestro país, dada la gran importancia que tiene la minería en el desarrollo de nuestro país.

3. Existen otras técnicas de análisis tales como la volumetría que es un método clásico, no muy usado en la actualidad salvo en las empresas pequeñas y minerías informales porque tienen temor a realizar una inversión inicial grande para la compra de instrumentos analíticos. En la volumetría es más alto el costo por muestra. Otros instrumentos para la cuantificación de minerales son el ICP-MS donde la detección se obtiene por la discriminación de la masa y la lectura de hidruros para lo cual se usa absorción atómica con un accesorio adicional para la formación del gas hidruro. Para todos estos casos se necesita la muestra en solución.

También existen otros instrumentos de precisión donde la muestra es leída en su forma natural, ya sea sólida, gaseosa o líquida. En este tipo de Instrumentos se encuentran los equipos de chispa que son un equipo parecido al ICP con la variación del sistema de introducción de muestra.

4. En este estudio y en la experiencia laboral recogida se ha podido conocer la importancia de los instrumentos analíticos, para la determinación de trazas de metales. En este sentido, recomendaría que en las universidades se enseñe, a los futuros profesionales de ingeniería electrónica, el diseño de estos equipos lo cual permitirá no depender de la tecnología de los países mas desarrollados., y a los estudiantes de ingeniería química el uso del mismo para buscar nuevas aplicaciones

5. De acuerdo al mercado peruano y la cantidad de minería que se ha desarrollado en los últimos años es importante que estos equipos sean más difundidos y utilizados debido al gran beneficio y versatilidad que involucran, lo cual permitiría un mejor control de relaves con lo cual se disminuiría la contaminación ambiental, también se generaría mas inversión a nuestro país, debido a que con este equipo se ayudaría a la geología y se podría determinar más lugares para la explotación minera con lo que se atraería la inversión.

BIBLIOGRAFIA

1. Joachim Nolte "ICP Emission Spectrometry "Analytik Support ,Owingen Germany,GmbH&Co.KGaA, 2003
2. Howard E. Taylor "Inductively Coupled Plasma Spectrometry" Practices and Techniques. Harcourt, 6277 sea harbor drive, Orlando, Florida, 2001.
3. Skoog/ Leary "Análisis Instrumental" Cuarta Edición.
4. Optima Series 5000 User's Guide, 2002 Perkin Elmer Instruments LLC, 710 Bridgeport Avenue, Shelton Connecticut 06484-4794 USA
5. Optima Series 5000 Service Manual, 2002 Perkin Elmer Instruments LLC, 710 Bridgeport Avenue, Shelton Connecticut 06484-4794 USA
6. Atomic Absorption Service manual, 1991 Perkin Elmer Instruments LLC, 710 Bridgeport Avenue, Shelton Connecticut 06484-4794 US
7. Diffraction Gratings 2008 Catalog Optometrics Corporation.
8. Charles Boss and Kenneth Fredeen "Concepts, Instrumentation, and Techniques in Inductively Coupled Optical Emission Spectrometry" Second Edition,1997 by The Perkin-Elmer Corporation
9. G. F. Wallace and P. Barrett, "Analytical Methods Development for Inductively Coupled Plasma Spectrometry," The Perkin-Elmer Corporation, Norwalk, CT, 1981.
10. P. W. J. M. Boumans, Ed., "Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy - Parts 1 and 2," Vol. 90 of "Chemical Analysis," P. J. Elving and J. D. Winefordner, Eds., John Wiley & Sons, New York, 1987.