

## La ley de la pureza para el laboratorio analítico

Los requisitos de limpieza y pureza en entornos de laboratorio han aumentado enormemente, sobre todo en los ámbitos de la producción industrial y el envasado, así como en laboratorios analíticos y de investigación. En muchos casos, la ausencia de partículas y gérmenes es imprescindible.

**NORBERT JAKUBOWSKI<sup>1</sup>, FABIAN HOLZNER<sup>1</sup>,  
BRIGITTA HESS<sup>2</sup>, MARTIN GLEISNER<sup>2</sup>, RENE  
CHEMNITZER<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> SPETEC GMBH, AM KLETTTHAMER FELD 15, 85435  
ERDING, GERMANY <sup>2</sup> ANALYTIK JENA, KONRAD-  
ZUSE-STRASSE 1, 07745 JENA, GERMANY

**P**or ello, a menudo se instalan grandes salas blancas con un enorme coste técnico, estructural y financiero, aunque la limpieza requerida para la aplicación sólo sea necesaria en una subzona específica.

A menudo se olvida que el entorno del laboratorio puede contaminar la muestra e influir así en el resultado analítico. Sólo si se optimizan los flujos de trabajo del laboratorio (pureza adecuada de los productos químicos, herramientas y recipientes purificados), se podrá aprovechar plenamente el rendimiento de los modernos métodos de multielementos (por ejemplo XRF, CS-AAS, ICP-AES). Una preparación cuidadosa y unos productos químicos de gran pureza son cruciales, ya que no sólo la sensibilidad del instrumento, sino también la desviación estándar del valor en blanco se incluyen directamente en el cálculo del límite de detección instrumental analítico. Una sola partícula metálica que haya entrado en la muestra de análisis a través del aire ambiente es suficiente para reducir el límite de detección de los elementos correspondientes en varios órdenes de magnitud o para falsear el resultado del análisis.

Sin embargo, un resultado de análisis incorrecto puede resultar más caro para la empresa que financiar una medida preventiva para purificar el aire del entorno del laboratorio. Sin embargo, no todos los laboratorios de análisis que adquieren un analizador nuevo y más potente obtienen siempre la homologación de su propia sala blanca. Esto no es imprescindible para muchas aplicaciones, ya que los bancos de trabajo locales más pequeños para salas blancas o las cajas de flujo laminar cumplen la misma función, a saber, proteger la muestra de análisis de las partículas y el polvo.

TABLA 1: CLASES DE SALAS LIMPIAS SEGÚN ISO 14644-1<sup>1</sup>

| Class | Particles per m <sup>3</sup> |          |          |            |           |          |
|-------|------------------------------|----------|----------|------------|-----------|----------|
|       | ≥ 0.1 µm                     | ≥ 0.2 µm | ≥ 0.3 µm | ≥ 0.5 µm   | ≥ 1.0 µm  | ≥ 5.0 µm |
| ISO 1 | 10                           | [5]      |          |            |           |          |
| ISO 2 | 100                          | 24       | 10       | [5]        |           |          |
| ISO 3 | 1,000                        | 237      | 102      | 35         | [5]       |          |
| ISO 4 | 10,000                       | 2,370    | 1,020    | 352        | 83        |          |
| ISO 5 | 100,000                      | 23,700   | 10,200   | 3,520      | 832       | [5]      |
| ISO 6 | 1,000,000                    | 237,000  | 102,000  | 35,200     | 8,320     | 293      |
| ISO 7 |                              |          |          | 352,000    | 83,200    | 2,930    |
| ISO 8 |                              |          |          | 3,520,000  | 832,000   | 29,300   |
| ISO 9 |                              |          |          | 35,200,000 | 8,320,000 | 293,000  |

### Normas y principio funcional de una cabina de flujo laminar

La base para evaluar la calidad de una sala blanca o de las correspondientes zonas de sala blanca, como una cabina de flujo laminar, la proporciona la norma DIN EN ISO 14644, según la cual se realizan las clasificaciones de las salas blancas. Las distintas clases ISO se resumen en la tabla 1.

### Principio funcional de una cabina de flujo laminar

Una cabina de flujo laminar, por ejemplo, la cabina que se utilizó en este artículo, está clasificada en la clase ISO 5 (clase 100 en EE.UU.), lo que significa que en su interior pueden detectarse un máximo de 100 partículas de al menos 0,5 µm de diámetro por pie cúbico (3,5 partículas por litro o 3.520 partículas por m<sup>3</sup>). Por tanto, la cabina Flow Box tiene un factor de aislamiento de 104 y, en consecuencia, reduce el número de partículas y mejora la calidad del aire al menos 10.000 veces en comparación con el aire ambiente del laboratorio. La imagen de la figura 1 muestra la estructura y el modo de funcionamiento de una cabina de flujo laminar. La función es bastante simple: El aire ambiental es aspirado por un ventilador y forzado a través de un filtro de partículas, cuya disposición crea un flujo de aire laminar

en el área de trabajo. Esto significa que el aire fluye de arriba a abajo en líneas paralelas y la muestra está protegida contra la penetración de partículas. Las partículas que, sin embargo, han entrado son capturadas por el flujo y descargadas a través de la abertura frontal.

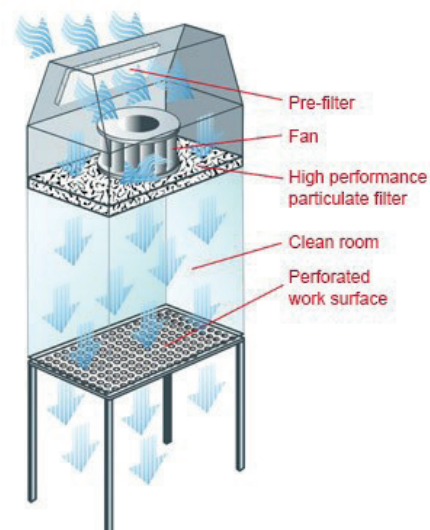


Figura 1: esquema de una cabina de flujo laminar

### Análisis de ICP-MS

El objetivo de este artículo es mostrar qué influencia puede tener el entorno del laboratorio en los límites de detección analítica alcanzables en análisis con dispositivos mo-

dermos de ICP-MS de alto rendimiento. Para ello, se almacenaron muestras de análisis en recipientes de PFA abiertos durante 12 horas en una sala limpia, en el laboratorio de análisis «estándar» normal abierto y en la misma sala en una caja de flujo laminar [10 mL, 1% v/v HNO<sub>3</sub>], donde también se prepararon los estándares para la calibración del dispositivo ICP-MS. Se utilizó un instrumento ICP-MS moderno (Plasma Quant MS Elite S; Analytik Jena, Jena, Alemania) para analizar estas muestras utilizando parámetros de funcionamiento óptimos y aplicando la tecnología boost y nitrox para reducir las interferencias espectrales y aumentar significativamente la sensibilidad del instrumento.

Los límites de detección (LOD) medidos y calculados se resumen en ng L<sup>-1</sup> en la Figura 2 a,b para un total de 18 elementos (los isótopos utilizados para la medición se indican en la figura), que cubren todo el rango de masas del dispositivo ICP-MS. Si las muestras se almacenan en una sala limpia o en una cabina de flujo, puede observarse que los límites de detección se reducen significativamente para todos los elementos en comparación con un laboratorio «estándar». Esta diferencia es especialmente evidente en el caso de los elementos indicados en la figura 2 a, para los que los contaminantes procedentes de partículas ambientales pueden dar lugar a un aumento de los valores en blanco en la mayoría de los laboratorios estándar. Sólo utilizando aire de laboratorio filtrado en la cabina de flujo laminar pueden conseguirse mejoras especialmente significativas, de modo que el rendimiento del dispositivo ICP-MS también puede aprovecharse plenamente para los elementos alcalinos, alcalinotérreos y de transición. En el mejor de los casos, la mejora es incluso de hasta un orden de magnitud.

Sólo si el entorno del laboratorio es lo suficientemente limpio pueden utilizarse realmente en análisis rutinarios los límites de detección máximos de los modernos dispositivos ICP-MS, que alcanzan el rango inferior a pg L<sup>-1</sup>, y cumplir así el requisito de pureza para el análisis de ultratrazas.

### Perspectivas

En este artículo, hemos demostrado que la pureza de una solución en blanco contribuye significativamente al límite de detección alcanzable cuando se analizan elementos ubicuos utilizando un dispositivo ICP-MS moderno. Se ha podido demostrar que, además de

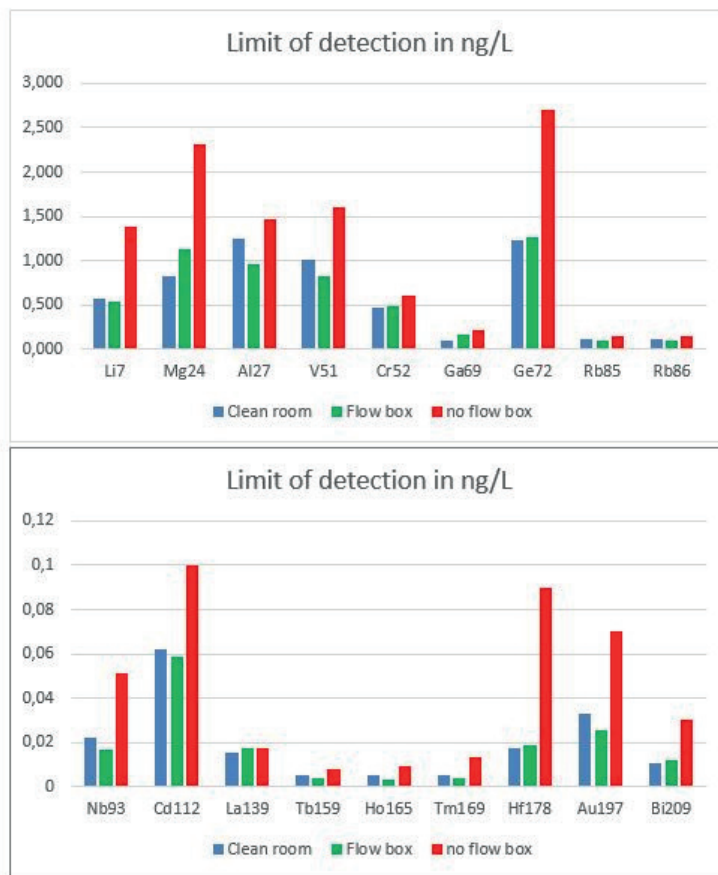


Figura 2 a,b: Límites de detección alcanzables en ng/L cuando se analizan soluciones de control almacenadas bajo las mismas condiciones en diferentes entornos<sup>1</sup>.

## Hemos demostrado que la pureza de una solución en blanco contribuye significativamente al límite de detección alcanzable cuando se analizan elementos ubicuos utilizando un dispositivo ICP-MS moderno

la pureza de los productos químicos y de los recipientes, el entorno del laboratorio influye significativamente en el resultado del análisis. En un entorno normal de laboratorio, las partículas son inevitables y pueden contribuir a la contaminación de los patrones de calibración y las muestras. En nuestro experimento, la filtración del aire del laboratorio, como puede conseguirse en las salas blancas, dio lugar a una pureza mucho mayor de la solución en blanco y a una mejora significativa de los límites de detección de muchos elementos. Se demostró que pueden conseguirse las mismas mejoras (comparables) utilizando una cabina de flujo laminar pequeña, con lo que las condiciones de pureza esenciales para el

análisis de ultratrazas pueden conseguirse con poco esfuerzo en cualquier laboratorio. Los distintos tamaños de módulo de las cabinas de flujo pueden adaptarse al volumen de muestra respectivo o a la superficie del laboratorio, y también puede adquirirse posteriormente un módulo adecuado para cada laboratorio o una sala blanca completa si aumentan los requisitos de limpieza en el trabajo diario del laboratorio ●

### REFERENCIAS

<sup>1</sup> <https://www.beuth.de/de/norm/din-en-iso-14644-1/238330395>

<sup>ii</sup> Poster „Factors Determining Limits of Detection in ICP-MS on the PlasmaQuant MS Elite S“, Matrin Gleisner, European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry<sup>2</sup> 2019, Pau, Frankreich.