El analizador de TOC Modelo LOTIX puede configurarse con el módulo LSS para el análisis de sólidos y filtrados

ANÁLISIS DE TOC EN MATRICES COMPLEJAS

RÁPIDO

ESTABLE

REPRODUCIBLE

SENCILLO

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Rafer INNOVACIÓN TECNOLÓGICA PARA LABORATORIO

Análisis TOC en diferentes matrices mediante el módulo de sólidos LSS Tekmar Lotix

RESUMEN

El análisis del Carbono Orgánico Total (TOC) puede resultar complejo al variar la matriz. Muestras de suelo como arena, arcilla y humus pueden disponer cantidades de humedad erráticas, tamaño de partícula, sales y muy diferentes matrices dependiendo de su localización. El nuevo módulo para el análisis de sólidos LSS en conjunción con el analizador de TOC de alta temperatura LOTIX analiza con facilidad estas muestras con exactitud y reproducibilidad en un amplio rango dinámico de concentración.

NOTA: en conjunción con el detector de Nitrógeno permite el análisis simultáneo de Nitrógeno.

INTRODUCCIÓN

El módulo LSS puede conectarse al analizador de combustión a alta temperatura Lotix. El LSS permite al usuario el intercambio entre análisis de sólidos y líquidos en minutos. El módulo LSS utiliza un inyector que contiene un recipiente de cuarzo capaz de albergar 1.5 gramos de muestra dependiendo de la matriz. El inyector introduce la muestra en el interior del horno de manera automática controlado por el software TekLink.

La zona de combustión contiene un tubo de cuarzo relleno con catalizador donde la muestra se calienta a una temperatura entre 800 y 1000 ºC donde todo el Carbono se transforma en CO_2.

El sistema cerrado fluye continuamente con un flujo de gas de 200 cc/min. Una vez oxidada la muestra, los subproductos de combustión salen del módulo LSS arrastrándose al analizador Lotix TOC donde se detecta el CO_2 en su detector de infrarrojo no dispersivo (NDIR). La señal se integra por el software TOC TekLink mostrando los resultados en ppm o µgC/g.

La versatilidad del módulo LSS se muestra en matrices tan variadas como arena, suelo, humus, arena utilizada en limpieza abrasiva. La exactitud y la precisión basada en % Desviación estándar relativa (RSD) es el objetivo frente a estas matrices.

PARÁMETROS INSTRUMENTALES

El módulo LSS está basado en un tubo de cuarzo relleno con un catalizador de oxidación basado en óxido de cobalto pre-acondicionado. El método “Solids” precargado en el software TekLink es el utilizado en este análisis.

PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS

Preparación de patrones

Patrón 10.000 ppm C

1 Se añade una barra magnética para agitar la disolución profusamente.

2 Se toman 10.625 g de Oftalato Hidrógeno Potásico (KHP) se mide en un recipiente de muestra tarado. Una vez pesado se transfiere a un recipiente volumétrico de 500 ml que contiene hasta su mitad agua desionizada. Procediendo con posterioridad a su enrase.

Nota: Concentraciones elevadas precisan tiempos de agitación largos para asegurar que todo el KHP está en disolución.

Analizador TOC Lotix conel módulo LSS

Patrones de calibración de trabajo

Se preparan patrones de calibración para obtener una curva de siete puntos en el rango de 0 – 10.000 ppm C desde la disolución de 10.000 ppm C con las diluciones recomendadas en Tabla 1.

Tabla I - Patrones de trabajo de calibración

Cantidad tomada de disolución stock (ml)	Volumen final (ml)	Concentración Final ppm C
0	100	0.0
1	100	100.0
5	100	500.0
10	100	1000.0
25	100	2500.0
50	100	5000.0
100	100	10000.0

Curva de calibrado

1 Se genera una lista de trabajo para la calibración con el método “Solids” en el software TOC TekLink incluyendo los patrones de la **Tabla I**. Cada uno de los puntos se analizan por triplicado para verificar la exactitud de los resultados.
2 Mediante una microjeringa de 50 µL se inyecta el patrón 0.0 ppm C sobre el recipiente de cuarzo empacado con lana de cuarzo. Este recipiente se deposita en el carrier del inyector del LSS.
3 El software solicita el peso/volumen de muestra para ser introducido en TOC TekLink. Una vez introducido el dato, el software introduce automáticamente la muestra en el horno de combustión para su análisis.
4 El procedimiento se repite por triplicado para comprobar la reproducibilidad.
5 Una vez finalizado el proceso con todos los puntos la curva de calibrado se revisa.

Preparación del reactivo ácido para eliminar IC

El objeto del ácido es eliminar el Carbono inorgánico de las muestras y contiene una disolución 1:1 de Ácido Nítrico en agua destilada.

Preparación de la muestra

1 Las muestras se muelen, tamizan y mezclan profusamente antes de ser analizadas. La cantidad de muestra es suficiente para garantizar su análisis por triplicado y verificar de este modo la precisión de los resultados.
2 Las muestras se secan a 105° C en una estufa para eliminar la humedad.
3 Las muestras se disponen en un desecador para que se enfríen a temperatura ambiente.
4 La cantidad de muestra se toma y pesa con exactitud en el recipiente de cuarzo.
5 La disolución de ácido preparada, se dispone sobre la muestra en una cantidad suficiente para cubrir la muestra y eliminar el IC (~5-100 µL).
6 Tras la adición del ácido la muestra se retorna a la estufa a 105°C para ser secada durante 5-10 minutos para eliminar la humedad. Las muestras entonces están lista para el análisis Figura 1.

Figura 1 - Diferentes matrices analizadas en LSS

Análisis de la muestra

1 Se genera un listado de trabajo en el software TOC TekLink con el método por defecto “Solids”. Se añade un patrón de calibración intermedio para verificar que la curva de calibrado es válida.
2 El recipiente de cuarzo con muestra sólida se dispone en el sistema de introducción del LSS.
3 Cuando lo solicita el TOC TekLink, se introduce el peso o volumen de muestra. Una vez rellenado el software mueve de manera automática la muestra al interior del horno de combustión calculando la concentración analizada frente a la curva de calibrado.

RESULTADOS

Una curva de calibrado de 7 puntos genera un rendimiento r^2 de 0.99999 y unos valores de %RSD para muestras por triplicado que se muestran en la Tabla II y Figura 2.

Tabla II - Calibración	
Patrones (ppm C)	**%RSD**
0.0	8.247
100.0	2.632
500.0	0.647
1000.0	0.732
2500.0	0.317
5000.0	0.494
10000.0	0.459

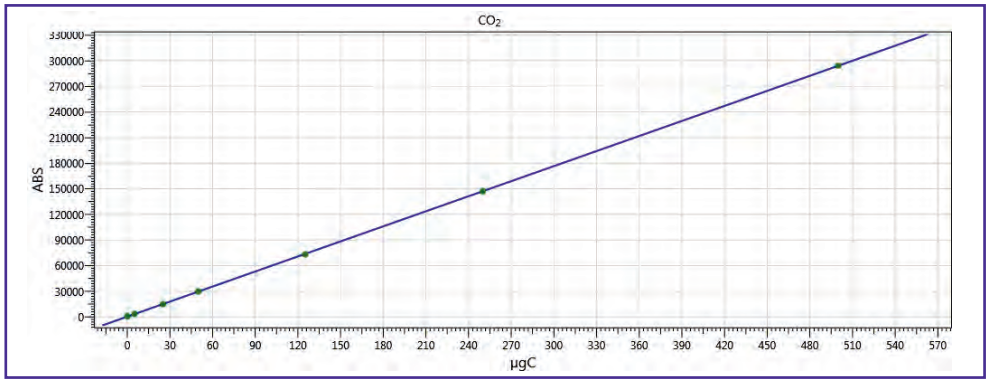

Figura 2 - Curva calibrado r^2 0.99999

Un patrón de “United States Geological Survey” (USGS) se analiza para determinar la exactitud de los resultados. El patrón USGS 9'68% ± 0.45% ó 92'300 – 101'300 ppm C. El patrón USGS de suelo muestra que el módulo opera en el rango operativo adecuadamente Tabla III.

Tabla III - Patrón de chequeo USGS n=3			
Patrón Suelo	% RSD	Calculado ppnC	Rango aceptable ppm C
USGS	1'90	94.943'755	92'30 – 101'30

Las muestras analizadas tienen una concentración en el rango de 1382 ppm C a 334,979 ppm C lo cual supone que el módulo de sólidos maneja muestras en un amplio rango de concentración. Tabla IV.

Nota: Las cuentas (ABS) de la muestra deben encontrare dentro de la recta de calibración. Altas concentraciones precisan de tomar cantidades de muestra más reducidas.
Al contrario si las concentraciones son bajas.

Tabla IV - Resultados muestra n=3		
Muestra	% RSD (meta <%5)	Media ppm C o mg C
Arena	4'628	10'528
Suciedad	1'429	42'988
Humus	4'520	334'979
Arena (Grit)	0'621	1.382'459

CONCLUSIÓN

El módulo LSS Teledyne Tekmar es una de las ampliaciones potenciales del analizador de TOC Lotix.

El módulo LSS genera una exactitud del 2% y una precisión del 5% a lo largo de las muestras sólidas difícilmente oxidables.

Compacto y sencillo, está diseñado para la determinación del contenido de carbono en muestras con matrices muy diferentes resultando en una solución para las matrices más complejas en el análisis de TOC.

Rafer
INNOVACIÓN
TECNOLÓGICA
PARA LABORATORIO

www.rafer.es

Barcelona	Bilbao	La Coruña	Madrid	Málaga	Sevilla	Valencia	Zaragoza	Lisboa
93 645 50 28	94 499 85 80	981 93 89 26	91 365 15 70	639 359 792	954 369 334	96 340 48 00	976 23 74 00	21 154 19 98
barcelona@rafer.es	bilbao@rafer.es	galicia@rafer.es	madrid@rafer.es	malaga@rafer.es	sevilla@rafer.es	levante@rafer.es	rafer@rafer.es	lisboa@rafer.es