

LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PROPUESTA DE VALOR

1 Determinación de la calidad del agua u otros vertidos

- Evaluación inicial de muestras líquidas con o sin contenido orgánico: medidas de pH, medición de DBO a distintas temperaturas, medición de DQO, medidas de conductividad y colorimetría.
- Análisis elemental cualitativo o cuantitativo a nivel de traza (0.001 ppm o más, dependiendo del elemento) para la detección de impurezas. Pretratamiento de las muestras si es necesario con el digestor microondas.
- Cuantificación y determinación de resinas en muestras sólidas o líquidas.

2 Caracterización elemental de residuos sólidos

- Ataque a la muestra en cuestión para extraer los elementos deseados en una matriz líquida con el digestor microondas.
- Análisis elemental utilizando el equipo ICP-OES.
- Evaluación de las mejoras aplicadas en los distintos procesos de extracción, variando las condiciones a lo largo del mismo.
- Determinación de la humedad de la muestra por gravimetría.

3 Otros servicios

- Tratamientos de los residuos:
 - Trituración de los mismos.
 - Trabajo en atmósfera inerte si es necesario.
- Separación de componentes de residuos con el equipo de froth flotation.
- Procesos de extracción de metales por lixiviación.
- Determinación de la concentración de metales u otros materiales críticos con el ICP-OES (PlasmaQuant g1000) para evaluar las distintas fases del proceso y los avances.
- Pretratamientos pirometalúrgicos (incluyendo calentamiento convencional y por microondas) e hidrometalúrgicos.
- Pirólisis de residuos asistida por microondas para la obtención de fracciones líquidas y gaseosas valorizables.

LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

PLASMAQUANT 9100 ICP-OES

El ICP-OES PlasmaQuant 9100 de alta resolución, permite una mayor tolerancia de matriz, un amplio rango de trabajo y una alta sensibilidad de medición. Proporciona resultados de alta calidad, fiabilidad en el control de calidad y los más altos estándares en las industrias reguladas.

La espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP OES), se basa en un plasma altamente energético y eléctricamente neutro, que está compuesto por iones, electrones y partículas neutras, comúnmente de argón, el cual recibe la energía de un campo electromagnético de alta frecuencia o de una corriente continua, alcanzando una temperatura de hasta 8000K.

La muestra, en forma líquida, es transportada por medio de una bomba peristáltica hasta el sistema nebulizador, donde es transformada en aerosol gracias a la acción de gas argón. Dicho aerosol es conducido a la zona de ionización, que consiste en un plasma generado al someter un flujo de gas argón a la acción de un campo magnético oscilante inducido por una corriente de alta frecuencia. **En el interior del plasma se pueden llegar a alcanzar temperaturas de hasta 8000 K.**

En estas condiciones, los átomos presentes en la muestra son ionizados/excitados. Al volver a su estado fundamental, estos iones o átomos excitados emiten radiaciones de una longitud de onda que es característica de cada elemento. Esta radiación pasa a través de un sistema óptico que separa la radiación según su longitud onda. A continuación, un detector mide la intensidad de cada una de las radiaciones relacionando ésta con la concentración de cada elemento en la muestra.



LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

PLASMAQUANT 9100 ICP-OES

Tipos de análisis:

- Ensayos semicuantitativos (conocer que elementos hay en la muestra) y cuantitativos (conocer la concentración de determinados elementos en la muestra).
- Determinación simultáneamente de hasta 34 elementos con una excelente precisión y exactitud en concentraciones mayoritarias o minoritarias (trazas).

Aplicaciones:

- Agricultura y alimentos: determinación de metales y posibles contaminantes en suelos, fertilizantes, materias vegetales, alimentos, etc.
- Aguas: determinación de metales y contaminantes en aguas continentales, potables, vertido, salmueras y aguas de mar.

Consideraciones:

- Muestras sólidas o líquidas con sólidos disueltos, así como fases orgánicas, requieren un tratamiento previo de digestión para ser analizadas con el ICP-OES.



LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

DIGESTOR SPEEDWAVE XPERT DAK-100X

La digestión a presión asistida por microondas se utiliza como técnica de preparación de muestras para un análisis elemental fiable tanto en laboratorios de rutina como de investigación.

Speedwave XPERT es un sistema de digestión por microondas de aplicación universal para la preparación de muestras orgánicas e inorgánicas, que impresiona por su fiabilidad, seguridad y economía.

Calentamos la muestra con los ácidos necesarios para el ensayo a una temperatura entre 220-240°C. Se establece este rango de temperatura ya que es el que genera la degradación parcial o completa de la muestra. Para la digestión por microondas se requiere también de reactivos, siendo los más utilizados el ácido nítrico, ácido clorhídrico y peróxido de hidrógeno.

Después de la digestión, se obtendrá una disolución acuosa ácida de la muestra, la cual podrá ser posteriormente analizada con técnicas espectroscópicas. En nuestro caso, con el **ICP-OES (plasma de acoplamiento inductivo (ICP) + espectrofotómetro de emisión óptico (OES))**.

Una de las principales ventajas de la digestión por microondas sobre la digestión a vaso abierto convencional, es que con la primera es posible controlar de manera más precisa parámetros del proceso.

Por ejemplo, la presión, temperatura y tiempo de digestión, los cuales son más reducidos por microondas, ya que se calienta y enfría a altas velocidades.



LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

DIGESTOR SPEEDWAVE XPERT DAK-100X

Tipos de análisis:

- Digestión de muestras orgánicas e inorgánicas.

Aplicaciones:

- Preparación de muestras para su análisis posterior con equipos como ICP-OES, ICP-MS.
- Posible uso como reactor microondas para trabajos que exijan altas presiones (hasta 100 bar) y temperaturas máximas de 300°C.

Consideraciones:

- Cantidades de material permitidas por el equipo: 3 g de muestra inorgánica y 1 g de muestra orgánica.



LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

ESPECTRÓMETRO DE MASAS ACOPLADO A CROMATÓGRAFO DE GASES - GCMS-QP2010 SE

La cromatografía de gases-masas es una técnica que combina la capacidad de separación que presenta la cromatografía de gases con la sensibilidad y capacidad selectiva del detector de masas. **Esta combinación permite analizar y cuantificar compuestos trazas en mezclas complejas con un alto grado de efectividad.** El GC-2010 puede utilizarse para Fast GC de serie, ya que viene equipado con la última generación de controladores de flujo, capaces de alcanzar valores de presión de hasta 970kPa y flujos de 1200mL/min. **El análisis a alta velocidad proporciona una mejora real de la productividad del laboratorio,** con un aumento del número de análisis y la reducción del coste de los mismos. La frecuencia de registro de datos es de 250 Hz, es decir, un dato cada 4 ms, para la mayor resolución de picos en Fast GC.

Un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas (GC-MS) es un instrumento de medida empleado en el laboratorio que permite llevar a cabo la separación, identificación y cuantificación de los diferentes componentes volátiles y semivolátiles que componen una muestra líquida en función, respectivamente, de su grado de afinidad con el material del que está compuesta la columna del cromatógrafo, del área generada por el detector y gracias a que cada compuesto presenta un espectro con una distribución relativa de masas característica, que recibe el nombre de huella dactilar. **La muestra a analizar es inyectada en el liner,** que se encuentra a una temperatura optimizada y suficiente para conseguir la evaporación de los componentes volátiles o semivolátiles de la muestra. Estos, con ayuda de un gas portador (helio), atraviesan la columna del cromatógrafo, en la que se separan.

A continuación, tras abandonar la columna, **la muestra es sometida a un alto vacío, que elimina componentes no deseados** y favorece la obtención de una relación señal/ruido mayor, y es ionizada electrónicamente, de manera que las moléculas se fragmentan generando iones con una distribución característica de relaciones m/z , que compararemos con respecto a una base de datos recogida en una biblioteca para identificar el compuesto al que corresponde. Los iones son separados en función de su relación m/z en el cuadrupolo, seleccionando en cada momento las relaciones m/z que son capaces de alcanzar el detector y, por tanto, generar señal. **La señal se representa gráficamente según el tiempo transcurrido para generar un cromatograma.**

LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



PRINCIPAL EQUIPAMIENTO

ESPECTRÓMETRO DE MASAS ACOPLADO A CROMATÓGRAFO DE GASES - GCMS-QP2010 SE

Tipos de análisis:

- Análisis cuantitativo basado en una recta de calibrado.

Aplicaciones:

- Separación de compuestos orgánicos volátiles y semivolátiles.
- Hidrocarburos Poliaromáticos (PAHs), Pesticidas clorados, VOCs, caracterización de materiales orgánicos.

Consideraciones:

- Rango de masas: m/z 1,5 a 1000.
- Modo de ionización: ionización electrónica.
- Sensibilidad de barrido: 1 pg de octafluoronaftaleno m/z 272 S/N > 200.
- Flujo de la columna: hasta 4ml/min.
- Bomba: Bomba turbomolecular (58 L/s para He), Bomba rotativa 30 L/min (60Hz).



LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



EQUIPAMIENTO ADICIONAL

Otros servicios:

- Determinación de la calidad del agua en función de:
 - Demanda Biológica de Oxígeno (DBO).
 - Demanda Química de Oxígeno (DQO).
 - Conductividad, ph y turbidez.
 - Concentración sólidos totales, suspendidos y disueltos.
- Determinación de humedad y cenizas en muestras sólidas.
- Medición de propiedades dieléctricas de los materiales.

Además, el LMA cuenta con las siguientes instalaciones y equipos adicionales:

- Laboratorio químico totalmente equipado (balanzas analíticas, muflas, estufas a vacío, sistema de extracción, centrifuga, otros equipamientos).
- Equipos para el análisis de aguas: Medidor de pH y conductividad portátil, Medidor de DQO y DBO.
- Baño de ultrasonidos para el pretratamiento de las muestras.
- Caja de guantes INERT LAB 2GB para trabajar en atmósfera inerte.
- Molino SM300 Retsch para trituración de cualquier tipo de residuos.



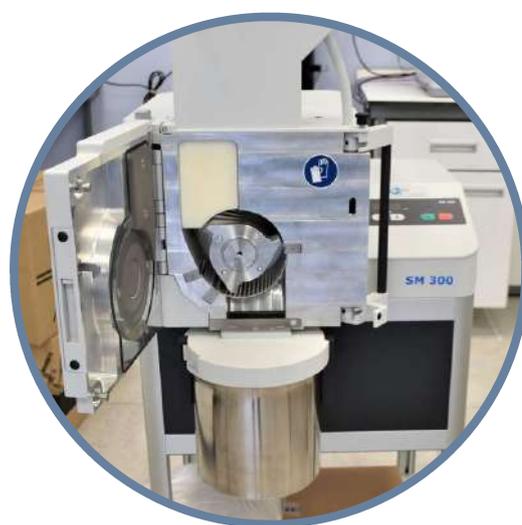
LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



EQUIPAMIENTO ADICIONAL



CAJA DE GUANTES



MOLINO SM300



ESTUFA

LABORATORIO DE MEDIOAMBIENTE



METODOLOGÍA

La siguiente tabla muestra el análisis, la metodología y principio seguidos para los análisis que se van a realizar en las instalaciones de CIRCE.

Análisis	Metodología	Principio
Determinación de elementos en residuos por medio de la técnica plasma de acoplamiento inductivo (ICP) junto a un espectrofotómetro de emisión óptico (OES) (ICP-OES).	<p>PL0011 para la digestión de muestras acorde a la norma CEN/TS 15411.</p> <p>PL0004 para la determinación de elementos con ICP-OES acorde a la norma UNE 11885.</p>	<p>Digestión de las muestras asistida por microondas.</p> <p>Complejación del HF con H₃BO₃.</p> <p>Medida de las disoluciones con ICP- OES por medio de una recta de calibrado.</p>
Análisis de sólidos volátiles.	PL0010 acorde a UNE 77034.	Ensayo térmico a 105°C y 550°C.
Análisis de sólidos totales.	PL0010 acorde a UNE 77034.	Ensayo térmico a 105°C.
Análisis de humedad.	PL0010 acorde a CEN-TS 15414.	Ensayo térmico a 105°C.
Análisis pH.	PL0019 acorde a la norma UNE-EN 15933:2012.	Uso directo de pHmetro.
Análisis de cenizas.	PL0010 acorde a UNE-EN 18122:2016.	Ensayo térmico a 250°C y 550°C.
Análisis conductividad.	PL0019 acorde a la norma UNE-EN 27888:1994	Uso directo de conductímetro.
Determinación del contenido de biomasa.	PL0020 acorde a la norma UNE-EN 21644:2022	Método de separación manual.

