



**Leitura em ICP-OES para determinação de metais bio-  
disponíveis em solo e sedimento**

**PN - LAPOC – 7011 Revisão: 03**

**25/FEVEREIRO/2015**

**COORDENAÇÃO DO LABORATÓRIO DE POÇOS DE CALDAS**

◆ VÁLIDO SOMENTE NA WEB – IMPRESSÃO NÃO OFICIAL ◆

**SUMÁRIO**

- 1 - OBJETIVO
- 2 - CAMPO DE APLICAÇÃO
- 3 - REFERÊNCIAS
- 4 - DEFINIÇÕES
- 5 - DOCUMENTOS COMPLEMENTARES
- 6 - ROTINAS
  - 6.1 - REAGENTES
  - 6.2 - MATERIAIS
  - 6.3 - SOLUÇÕES
  - 6.4 - INICIALIZAÇÃO DO INSTRUMENTO ICP-OES
  - 6.5 - LEITURA DAS AMOSTRAS
  - 6.6 - CONTROLE DE QUALIDADE
- 7 - QUADRO DE EDIÇÃO
- 8 - ANEXOS

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

---

## **1 - OBJETIVO**

Realizar a digestão de amostras de água e análise de metais bio-disponíveis (Al, Cr, Fe, Ni, Cu, Mn, Zn, Pb) via ICP-OES.

## **2 - CAMPO DE APLICAÇÃO**

Laboratório Analítico.

## **3 - REFERÊNCIAS**

3.1 - SW 846 EPA 6010c, “INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY”, Rev. 01, Fevereiro de 2007

## **4 – DEFINIÇÕES**

4.1 - Elementos bio-disponíveis: constituem a fração dos elementos presentes na amostra que são “ambientalmente disponíveis”, extraída por este método a partir de uma digestão ácida que não dissolve elementos ligados de silicatos.

## **5 – DOCUMENTOS COMPLEMENTARES**

5.1 - Formulário de prepar. de reagentes - Soluções elementais individuais 125mg/L (FT-LAPOC-7004-01), em sua revisão vigente

5.2 - Formulário de preparação de Escândio 50 mg/L (FT-LAPOC-7003-05), em sua revisão vigente

5.3 – Formulário de Preparação de Reagentes - Soluções de Verificação de Calibração (CCV), FT-LAPOC-7011-01, em sua revisão vigente

5.4 – Formulário de Preparação de Reagentes - Soluções intermediárias para preparação de sol. LLCCV, FT-LAPOC-7011-02, em sua revisão vigente

5.5 – Formulário de Preparação de Reagentes - Solução LLCCV, FT-LAPOC-7011-03, em sua revisão vigente

5.6 - Incerteza determinação de metais bio-disponíveis por ICP-AES, FT-LAPOC-7011-04, em sua revisão vigente

5.7 - Descrição das fontes de incerteza determinação de metais bio-disponíveis por ICP-AES, FT-LAPOC-7011-04, em sua revisão vigente

## **6 – ROTINAS**

### **6.1 – REAGENTES**

Ácido Nítrico Destilado

Soluções 10000 mg/L de Al, Fe

Soluções 1000 mg/L de Cu, Ni, Cr, Zn, Pb, Mn, V, Sc, Al, Fe

## 6.2 MATERIAIS

2 balões volumétricos de 50 mL  
5 balões volumétricos de 100 mL  
6 balões volumétricos de 200 mL  
4 balões volumétricos de 250 mL  
1 balão volumétrico de 500 mL  
10 pipetas volumétricos de 5 mL  
4 pipetas volumétricos de 10 mL  
7 pipetas volumétricos de 25 mL  
2 pipetas graduadas de 10 mL  
1 micropipeta de 100 – 100 µL  
1 micropipeta de 1000 – 5000 µL  
ICP-OES Varian Liberty II

## 6.3 – SOLUÇÕES

6.3.1 Soluções Intermediárias: partindo das soluções estoque 1000 mg/L ou 10000 mg/L, preparar as soluções abaixo conforme descrito na tabela 1. **Preencher FT-LAPOC-7004-01.**

Tabela 1. Soluções Intermediárias Individuais

Componente	Partida	Pipeta (mL)	Balão (mL)
Cr 125 mg/L	1000 mg/L	25	200
Ni 125 mg/L	1000 mg/L	25	200
Cu 125 mg/L	1000 mg/L	25	200
Zn 125 mg/L	1000 mg/L	25	200
Pb 125 mg/L	1000 mg/L	25	200
Mn 125 mg/L	1000 mg/L	25	200

6.3.2 Solução de Padrão Interno: pipetar 5 mL de Escândio 1000 mg/L para um balão de 100 mL. Avolumar e homogeneizar. Esta vidraria deve ser do tipo classe A, para garantir que a solução preparada tenha exatamente 50,0 mg/L de Escândio. **Preencher FT-LAPOC-7003-05**

6.3.3 Soluções de Verificação de Calibração (CCV) com padrão interno em meio ácido nítrico 5%: as soluções de calibração são preparadas na forma de duas misturas distintas, conforme descrito nas tabela 2 e 3. O balão deve ser do tipo classe A, bem como a pipeta utilizada para pipetagem da solução de escândio (padrão interno). **Preencher FT-LAPOC-7011-01.**

Tabela 2. Solução CCV Al-Cr

Componente	Partida	Pipeta (mL)	Balão (mL)	Reagente 1	Reagente 2
Al 300 mg/L	10000 mg/L	1,5	50	2 mL HNO <sub>3</sub> 1:1	1 mL Sc 50 mg/L
Cr 2, 5 mg/L	125 mg/L	2			

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
 LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
 METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

Tabela 3. Solução CCV Fe-Etc

Componente	Partida	Pipeta (mL)	Balão (mL)	Reagente 1	Reagente 2
Fe 300 mg/L	10000 mg/L	1,5	50	2 mL HNO <sub>3</sub> 1:1	1 mL Sc 50 mg/L
Ni 2,5 mg/L	125 mg/L	2			
Cu 2,5 mg/L	125 mg/L	2			
Zn 2,5 mg/L	125 mg/L	2			
Mn 2,5 mg/L	125 mg/L	2			
Pb 2,5 mg/L	125 mg/L	2			
V 2,5 mg/L	125 mg/L	2			

6.3.4 Soluções intermediárias para verificação de limite de detecção: Pipetar os volumes indicados para balões volumétricos individuais conforme tabela 2, os quais devem conter água deionizada até mais ou menos a metade do balão. Adicionar o volume de solução de ácido nítrico destilado 1:1 indicado na tabela 4. Adicione água deionizada até mais ou menos a metade do balão. Complete o volume com água deionizada e - homogeneíze. Armazenar em frasco de polietileno. Estas soluções têm validade de 1 ano. **Preencher FT-LAPOC-7011-02**

Tabela 4: Tabela de preparação de soluções intermediárias para preparação de solução LLCCV.

Nome	Solução elemental	Volume Solução Elemental (mL)	Volume Balão (mL)	Volume HNO <sub>3</sub> 1:1 (mL)
Cr 2 mg/L	125 mg/L	4	250	10
Ni 2,5 mg/L	125 mg/L	2	100	4
Cu 2,5 mg/L	125 mg/L	2	100	4
Zn 1 mg/L	125 mg/L	2	250	10
Pb 6,25 mg/L	125 mg/L	5	100	4
Mn 0,25 mg/L	125 mg/L	1	500	20

6.3.5 Soluções LLCCV (Lower Limit Calibration Continuous Verification): Pipetar os volumes indicados para balões volumétricos individuais conforme tabela 4, os quais devem conter água deionizada até mais ou menos a metade do balão. Adicionar o volume de solução de ácido nítrico destilado 1:1 indicado na tabela 5. Adicione água deionizada até mais ou menos a metade do balão. Complete o volume com água deionizada e homogeneíze. Armazenar em frasco de polietileno. Estas soluções têm validade de 1 mês. **Preencher FT-LAPOC-7011-03**

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

Tabela 5: Tabela de preparação de soluções LLCCV.

Nome da solução	Concentração Final	Solução elemental de preparação	Volume Sol.Elemental (mL)	Volume Balão (mL)	Volume Escândio 50 mg/L (mL)	Volume HNO <sub>3</sub> 1:1 (mL)
LLCCV	Al 20 mg/L	1000 mg/L	1	50	1	2
Al-Cr	Cr 0,040 mg/L	2 mg/L	1			
LLCCV Fe Ni Cu Zn Pb Mn	Fe 20 mg/L	1000 mg/L	1	50	1	2
	Ni 0,10 mg/L	2,5 mg/L	2			
	Cu 0,060 mg/L	2,5 mg/L	1,2			
	Zn 0,040 mg/L	1 mg/L	2			
	Pb 0,15 mg/L	6,25 mg/L	1,2			
	Mn 0,01 mg/L	0,25 mg/L	2			

#### 6.4 – INICIALIZAÇÃO DO INSTRUMENTO ICP-OES

6.4.1 Ligar o instrumento (botoeira ON/OFF preta) e pressionar a chave de RF (chave amarela).



6.4.2 Ligar o chiller (botoeira ON/OFF).

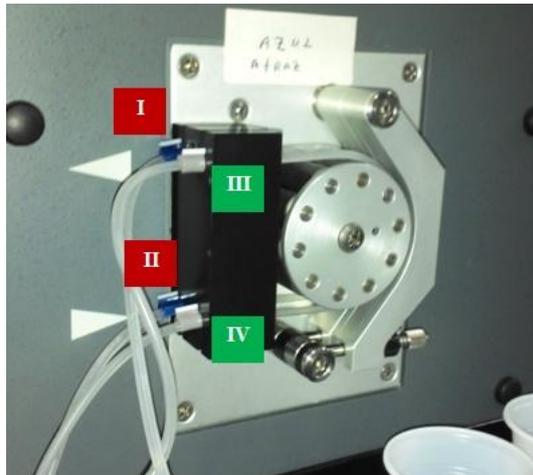


6.4.3 Conectar uma extremidade da mangueira azul-azul ao capilar de aspiração da amostra, enquanto a outra deve ser conectada ao capilar de entrada do nebulizador.

6.4.4 Conectar uma extremidade da mangueira cinza-cinza ao capilar de saída do nebulizador, enquanto a outra deve ser conectada ao dreno.

6.4.5 Acoplar o tubo azul-azul à bomba peristáltica do instrumento. A extremidade conectada à aspiração de amostra deve ser afixada na parte superior da bomba (I), enquanto a extremidade conectada à entrada do nebulizador deve ser afixada logo abaixo na parte inferior da bomba (II).

6.4.6 Acoplar o tubo cinza-cinza à bomba peristáltica do instrumento. A extremidade conectada à saída do nebulizador deve ser afixada na parte superior da bomba (III), enquanto a extremidade conectada ao dreno deve ser afixada na parte inferior da bomba (IV).



6.4.7 Abrir o software ICP EXPERT.



6.4.8 Na tela inicial, clicar em INSTRUMENT > W/L Calib. > CALIBRATE para calibrar a ótica do instrumento.



6.4.9 Clicar no ícone  para ligar a tocha.

6.4.10 Clicar no ícone  para ligar a bomba.

6.4.11 Aguardar 20 minutos para que o instrumento entre em equilíbrio termodinâmico.

6.1.12 Introduzir o capilar de aspiração de amostra em uma solução de Mn 5 mg/L.

6.4.13 Clicar na guia TORCH ALIGN > TORCH SCAN para alinhar a tocha.

6.4.14 Aguardar o término do alinhamento e fechar a janela INSTRUMENT SETUP.

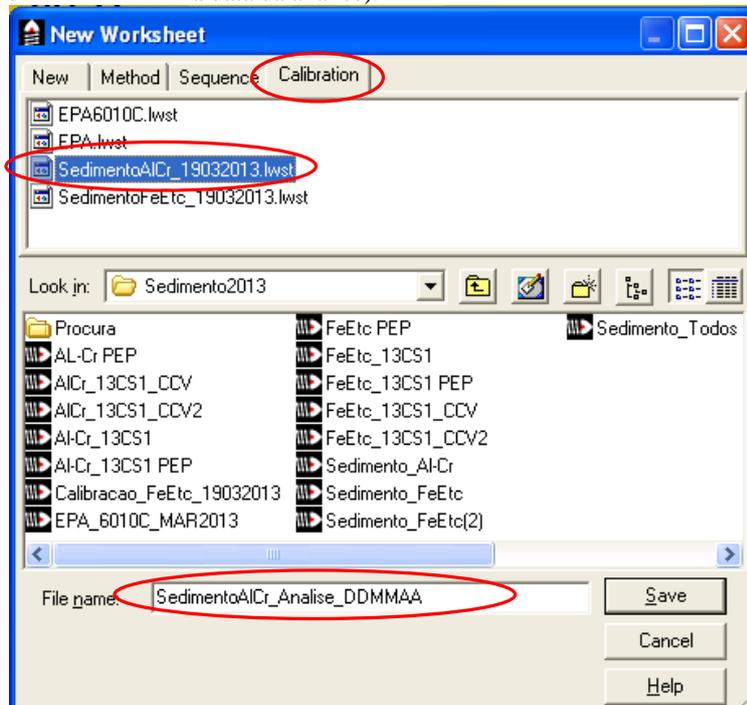
## 6.5 – LEITURA DAS AMOSTRAS

6.5.1 Clicar em WORKSHEET > NEW.

6.5.2 Na tela que surge, selecionar a Guia CALIBRATION > SedimentoAlCr\_DDMMAA.lwst.

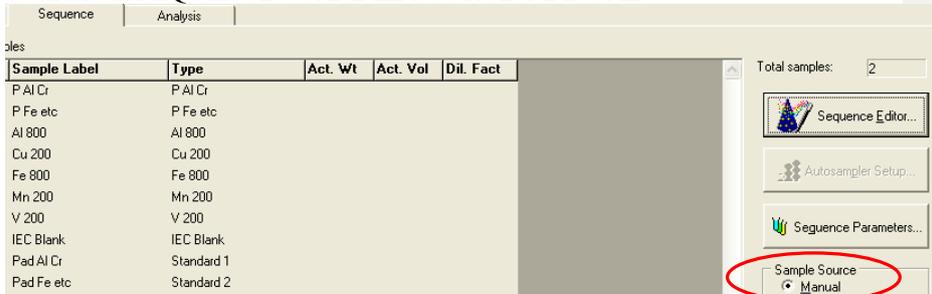
NOTA 1: Selecionar o arquivo de calibração mais recente.

6.5.3 Em FILE NAME, digitar o nome do novo arquivo que servirá como base (template) para futuras análises: SedimentoAlCr\_Analise\_DDMMAA (informando em DDMMAA a data da análise).



**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
 LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
 METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

6.5.4. Clicar em SEQUENCE > SAMPLE SOURCE: MANUAL.

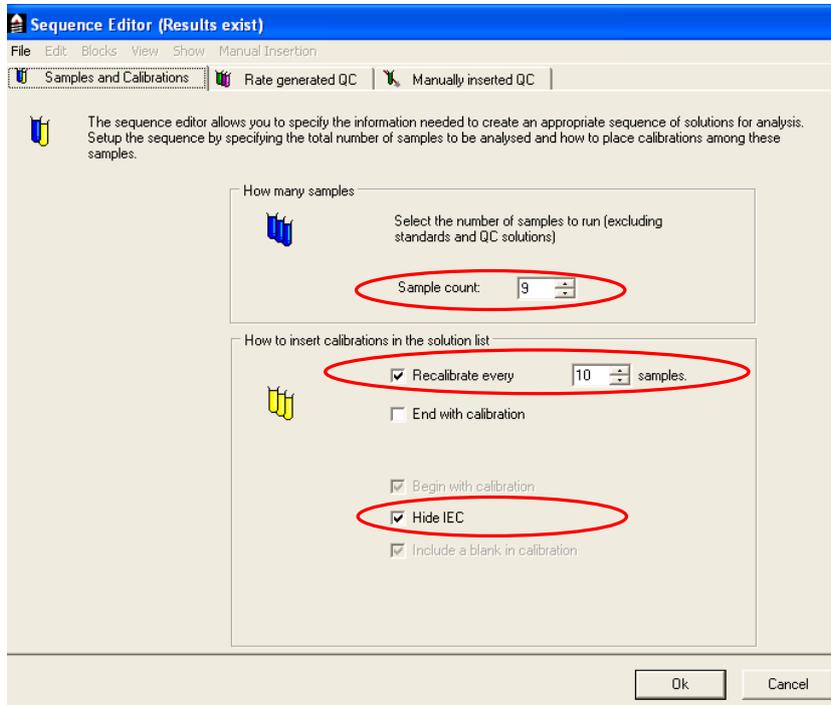


6.5.5 Clicar em SEQUENCE EDITOR.



6.5.6 Configurar a tela que surge conforme mostrado a seguir e clicar em OK.

- Sample count: inserir o numero de amostras
- Marcar as opções: *recalibrate every 10 samples; hide IEC.*

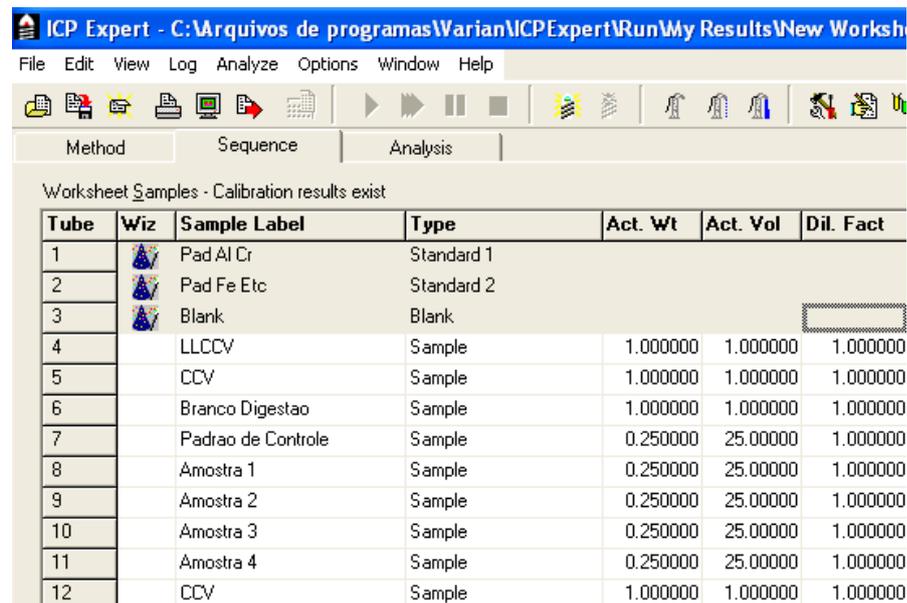


**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
 LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
 METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

6.5.7 Configurar a seqüência de amostra, inserindo a identificação e os respectivos fatores de massa usada na digestão em gramas (coluna Act. Wt) e volume final em mL (coluna Act. Vol.)

Tabela 6: Soluções a serem inseridas na tabela de amostras do ICP

Solucao	Tipo	Act. Wt (nominal)	Act. Vol. (nominal)
LLCCV	Solução de verificação do menor limite de quantificação	1	1
CCV	Verificação contínua da calibração	1	1
Branco digestão	Branco da digestão	1	1
Padrão de controle	Padrão de controle	0.25	25
Amostras	Amostras digeridas	0.25	25
CCV	Verificação contínua da calibração	1	1



ICP Expert - C:\Arquivos de programas\Varian\ICPEXpert\RunMy Results\New Worksh

File Edit View Log Analyze Options Window Help

Method Sequence Analysis

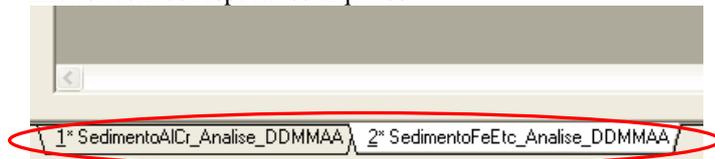
Worksheet Samples - Calibration results exist

Tube	Wiz	Sample Label	Type	Act. Wt	Act. Vol	Dil. Fact
1		Pad Al Cr	Standard 1			
2		Pad Fe Etc	Standard 2			
3		Blank	Blank			
4		LLCCV	Sample	1.000000	1.000000	1.000000
5		CCV	Sample	1.000000	1.000000	1.000000
6		Branco Digestao	Sample	1.000000	1.000000	1.000000
7		Padrao de Controle	Sample	0.250000	25.000000	1.000000
8		Amostra 1	Sample	0.250000	25.000000	1.000000
9		Amostra 2	Sample	0.250000	25.000000	1.000000
10		Amostra 3	Sample	0.250000	25.000000	1.000000
11		Amostra 4	Sample	0.250000	25.000000	1.000000
12		CCV	Sample	1.000000	1.000000	1.000000

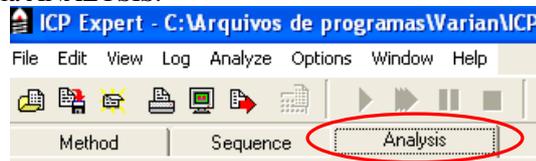
## COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO

6.5.8 Repetir as etapas 6.5.1 a 6.5.7 para criar seqüência de leitura a partir do método SedimentoFeEtc\_Analise\_DDMMAA (para leitura de Fe, Ni, Cu, Cr, Mn e Zn).

NOTA 1: É possível alternar entre as janelas clicando-se nas abas localizadas na barra inferior com os respectivos arquivos.

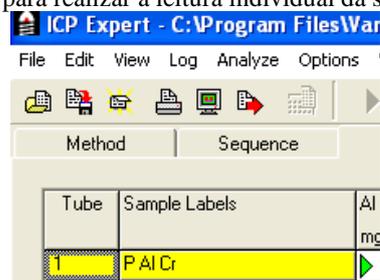


6.5.9 Clicar na guia ANALYSIS.



6.5.10 Introduzir o capilar no recipiente com a solução ou padrão a ser lido.

6.5.11 Selecionar a linha com a descrição da solução a ser lida (que ficará tarjada de amarelo) e clicar na tecla para realizar a leitura individual da solução.



6.5.12 Ao termino da leitura, introduzir o capilar na solução de ácido nítrico 5% para lavagem.

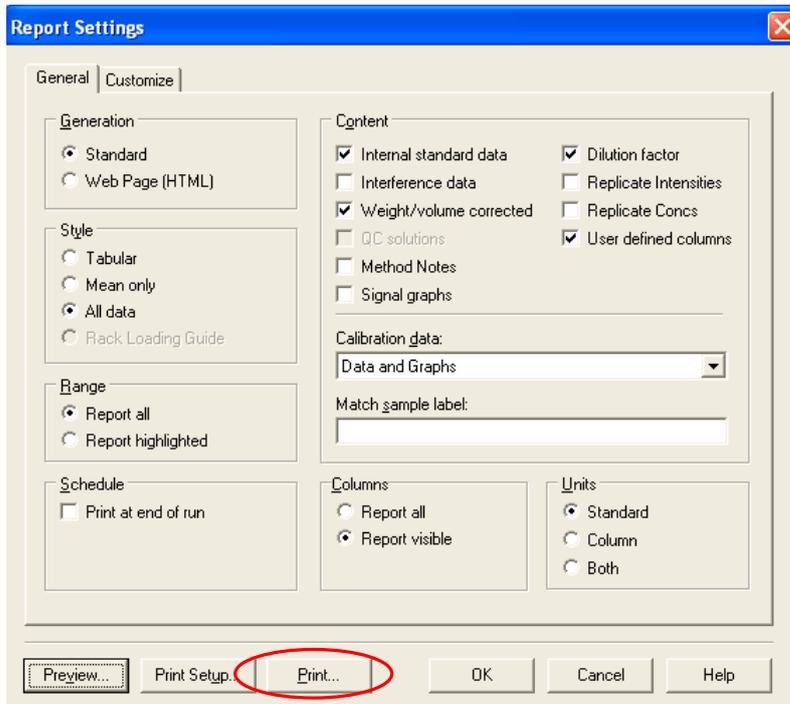
NOTA 2: É possível alternar para a janela com outro método para leitura da mesma solução em outro programa antes de realizar a lavagem.

6.5.13 Ao termino da lavagem, repetir os passos 6.5.10 a 6.5.12 para leitura de nova solução.

6.5.14 Os resultados já na unidade de mg/Kg na amostra digerida estão disponíveis na guia ANALYSIS.

NOTA 3: Os resultados da analise validos são aqueles visualizados nas colunas com o nome do elemento seguido do ícone de um tubo de ensaio azul . As demais colunas (com exceção do padrão interno ítrio) representam linhas sem correção de interferente e não devem consideradas não hora de reportar os resultados.

6.5.15 Os resultados podem ser impressos clicando-se em FILE > REPORT SETTINGS > PRINT.



6.5.16 Para resultados inferiores aos limites de quantificação, reportar como “<” acrescido do respectivo limite de quantificação (ANEXO I).

## 6.6 – CONTROLES DE QUALIDADE

6.6.1 Os controles utilizados nesta determinação são:

- LLCCV: utilizado para verificação experimental do menor limite de quantificação. Ao ser analisado, devem ser obtidos resultados de  $\pm 50\%$ .
- CCV – Padrão: utilizado para verificação experimental da estabilidade do instrumento, sendo constituída por solução contendo os analitos em concentração nominal equivalente à metade da faixa de trabalho. Devem ser obtidos resultados de  $\pm 10\%$  comparativamente ao valor nominal.
- Branco da digestão: os valores obtidos na análise do branco da digestão devem ser igual ou menores ao limite de quantificação (vide ANEXO I).
- Padrão de Controle: A análise de um padrão de controle deverá ser efetuada a cada batelada. Os resultados do padrão de controle deverão ser comparados aos valores certificados conforme PN-LAPOC-5900 ou lançados em carta de controle, conforme PN-LAPOC-5901 – Uso de cartas de controle.
- Duplicata: Uma amostra da batelada deverá ser analisada em duplicata e o coeficiente de variação (CV %) deverá ser menor que 20 %.

[r1] Comentário: Inserir estes controles em formulário específico

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
 LEITURA EM ICP-OES PARA DETERMINAÇÃO DE  
 METAIS BIO-DISPONÍVEIS EM SOLO E SEDIMENTO**

**7 - QUADRO DE EDIÇÃO**

REVISÃO	PÁGINA	DATA	ELABORAÇÃO	OBSERVAÇÕES
-	Todas	17/02/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Versão preliminar do documento apresentada para comentários
01	10 – ITEM 6.5.12	15/05/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado volume de solução de lavagem, de ácido nítrico 10% para 5%.
02	2 – item 5.6	22/09/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Inserido formulário de Incerteza da determinação de metais bio-disponíveis por ICP-AES, FT-LAPOC-7011-04
02	2 – item 5.7	22/09/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Inserido formulário de Descrição das fontes de incerteza determinação de metais bio-disponíveis por ICP-AES, FT-LAPOC-7011-04
03	3 – item 6.3.2	27/02/2015	Rodrigo L. Bonifácio	Alterado padrão interno de Ítrio 50 mg/L para Escândio 50 mg/L
03	3 a 5 – tabelas 2 a 5	27/02/2015	Rodrigo L. Bonifácio	Alteradas alíquotas de padrão interno, de modo a perfazer solução final com 0,5 mg/L de escândio em solução
03	3 e 4 – tabelas 2 e 3	27/02/2015	Rodrigo L. Bonifácio	Alteradas alíquotas de Fe e Al, de modo a perfazer uma solução final com 300 mg/L para as soluções CCV para estes elementos.

**8 - ANEXOS**

ANEXO I – Limites de quantificação da análise de metais em águas, para amostras analisadas sem diluição ou pré-concentração.

Analito	Limite de Quantificação (mg/L)
Al	1,0
Cr	0,040
Fe	1,0
Ni	0,10
Cu	0,060
Zn	0,040
Pb	0,15
Mn	0,010

[r2] Comentário: Vide comentário acima...

**FIM DE DOCUMENTO**