



Utilização de ICP-MS

PN - LAPOC – 7008 Revisão: 00

22/setembro/2014

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 – LIGAR O INSTRUMENTO
 - 6.2 – OTIMIZAR INSTRUMENTO
 - 6.3 – ANÁLISE DAS AMOSTRAS
 - 6.4 – REPROCESSAR ALTERANDO DADOS DAS AMOSTRAS
 - 6.5 – REPROCESSAR AMOSTRAS OU PADRÕES DA CURVA COM ALTERAÇÕES NO MÉTODO OU CURVA DE CALIBRAÇÃO
 - 6.6 – DESLIGAR O INSTRUMENTO
- 7 - QUADRO DE EDIÇÃO
- 8 - ANEXOS

1 - OBJETIVO

Definir metodologia para uso do equipamento ICP-MS NEX ION 300D, modo standard.

2 - CAMPO DE APLICAÇÃO

Digestão de amostras no setor de Química Analítica.

3 - REFERÊNCIAS

- 3.1 - Manual do equipamento – ICP-MS NEXION 300D
- 3.2. - NexION 300 ICP-MS – Preparing Your Lab – Boletim Técnico 009131_01
PerkinElmer SCIEX

4 - DEFINIÇÕES

- 4.1 – ICP-MS: plasma indutivamente acoplado com espectrômetro de massa.

5 – DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

- 5.1 – PN-LAPOC-7019 – Determinação de Urânio e Tório em Águas por ICP-MS

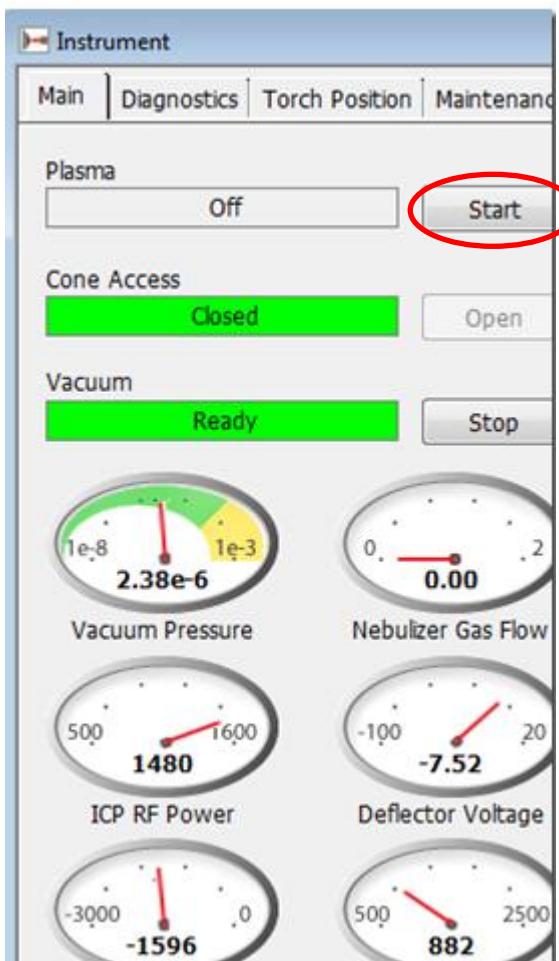
6 – ROTINAS**6.1 LIGAR O INSTRUMENTO**

- 6.1.1 Ligar estabilizador.
- 6.1.2 Abrir argônio e ajustar manômetro a 100 psi.
- 6.1.3 Ligar exaustor.
- 6.1.4 Ligar insuflador.
- 6.1.5 Ligar o chiller, ajustando temperatura em 17 °C.
- 6.1.6 Ligar o instrumento, acionando as chaves INSTRUMENT e RFG na parte lateral direita do espectrômetro.
- 6.1.7 Ligar computador.
- 6.1.8 Clicar em NexIon.



- 6.1.9 Na tela que surge, aguardar estabilização do vácuo (recomendado mínimo de 4 horas) em valores abaixo de 1×10^{-7} Torr.

6.1.10 Clicar em PLASMA > START.



6.1.11 Prender as mangueiras na bomba interna.

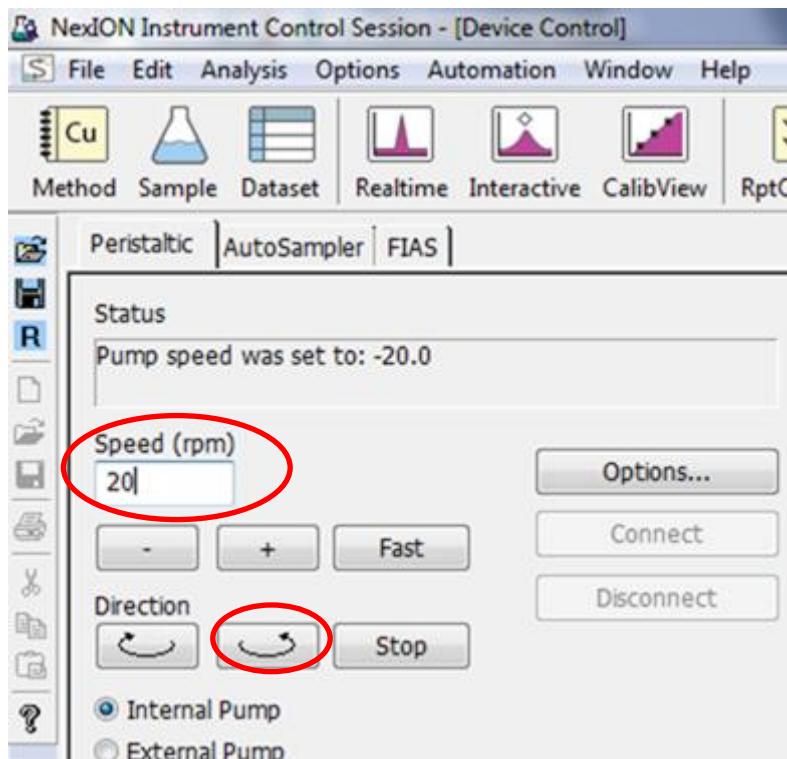
6.1.12 Conectar o capilar na entrada da mangueira verde/laranja para aspiração manual.

6.1.13 Introduzir o capilar de aspiração em frasco de água.

6.1.14 Clicar no ícone DEVICES.



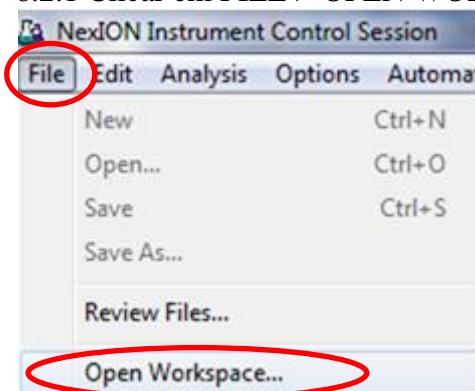
- 6.1.15 Alterar a velocidade da bomba para 20 RPM na janela PERISTALTIC, digitando-se o valor 20 no campo SPEED e clicando-se no ícone com seta no sentido anti-horário para bombejar amostras e esvaziar a câmara de nebulização.
- NOTA 1: Clicar em FAST para bombeamento máximo ou STOP para parar a bomba.

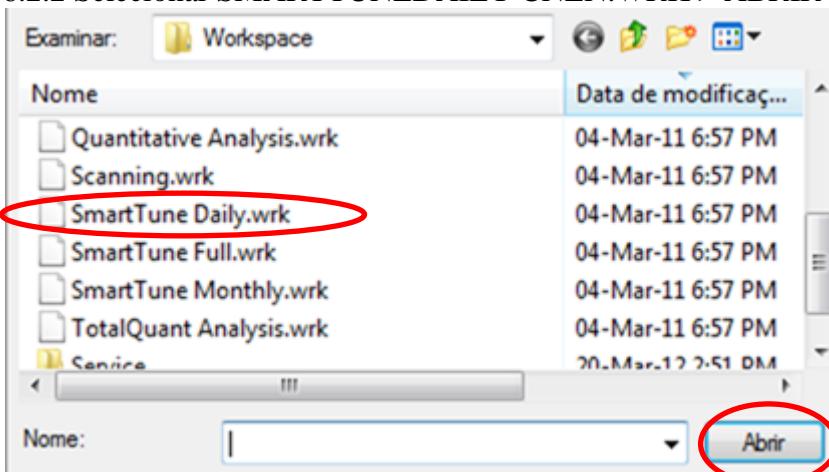
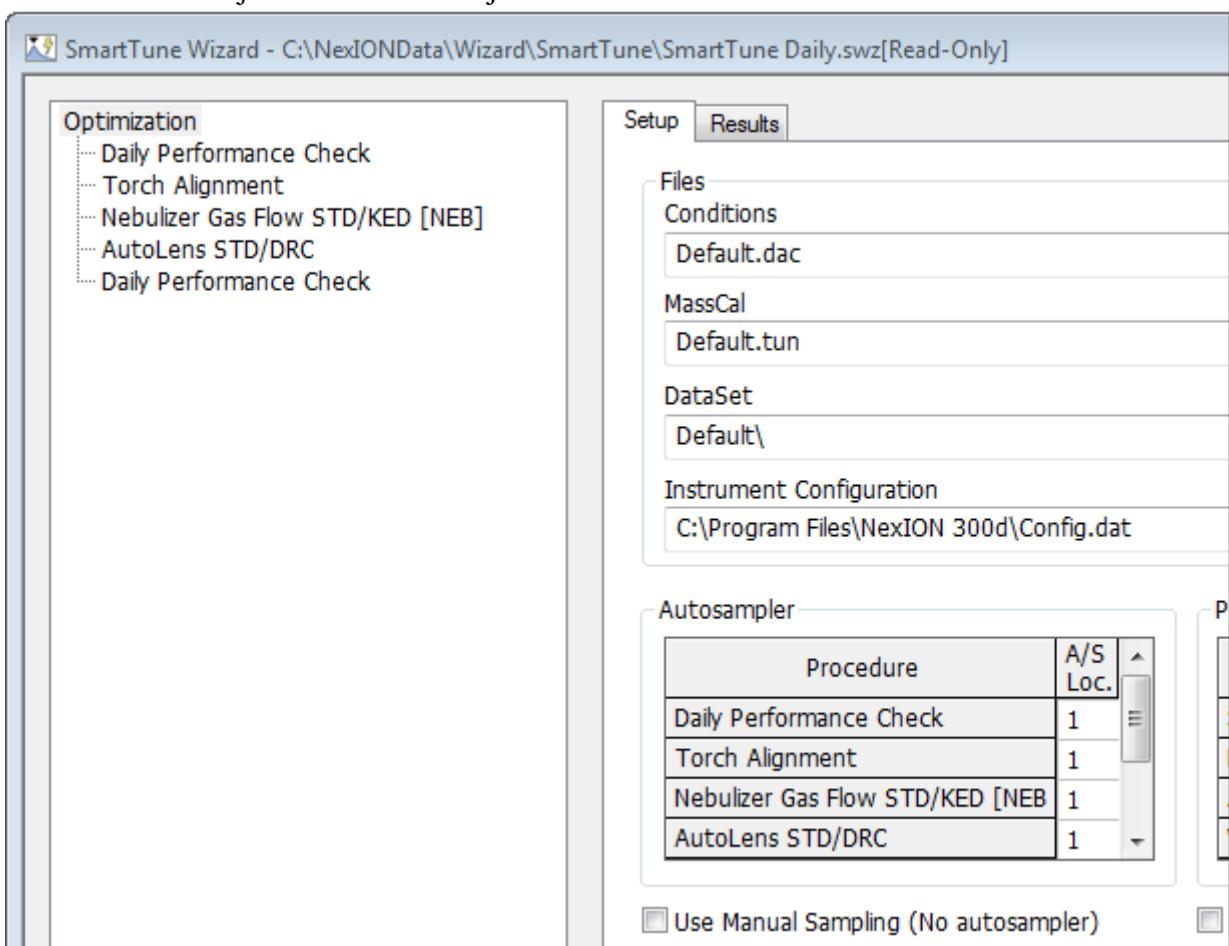


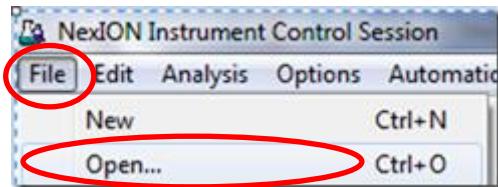
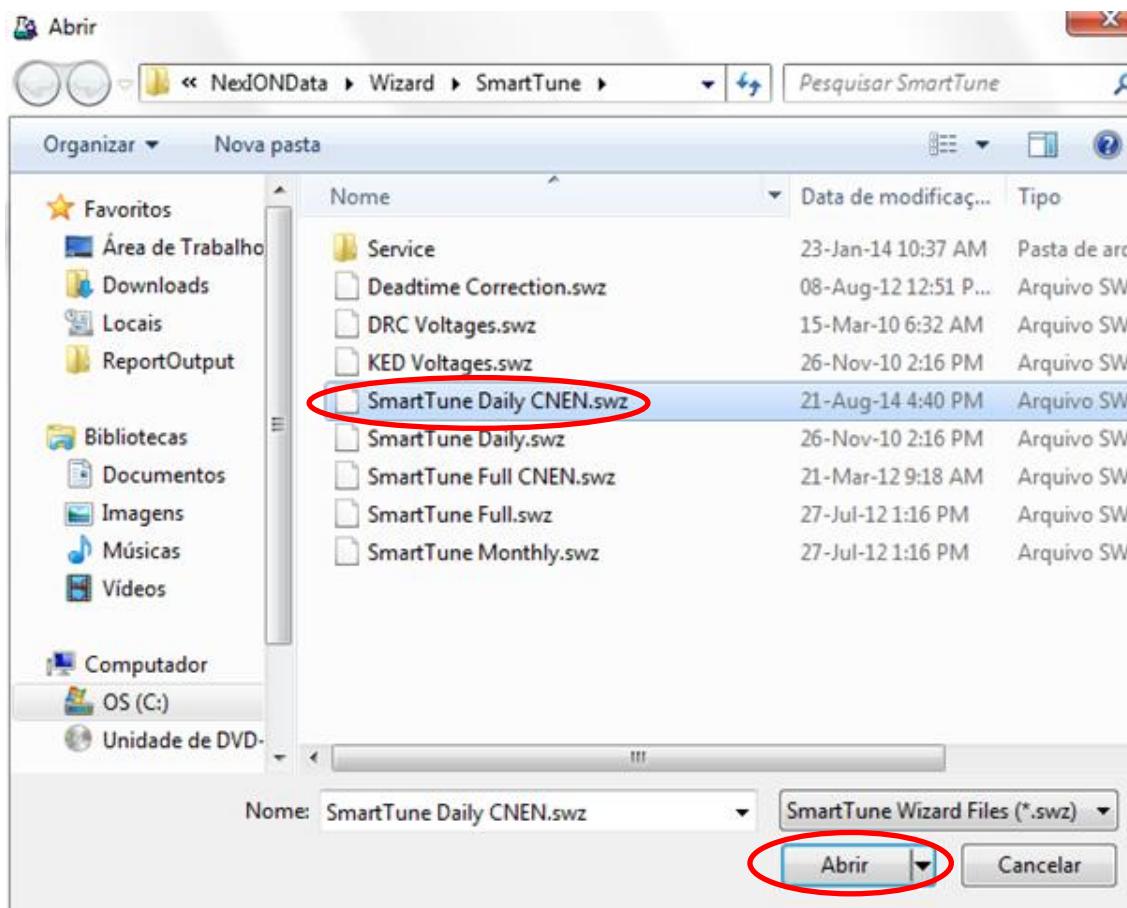
- 6.1.16 Aguardar 15 minutos.

6.2 OTIMIZAR INSTRUMENTO

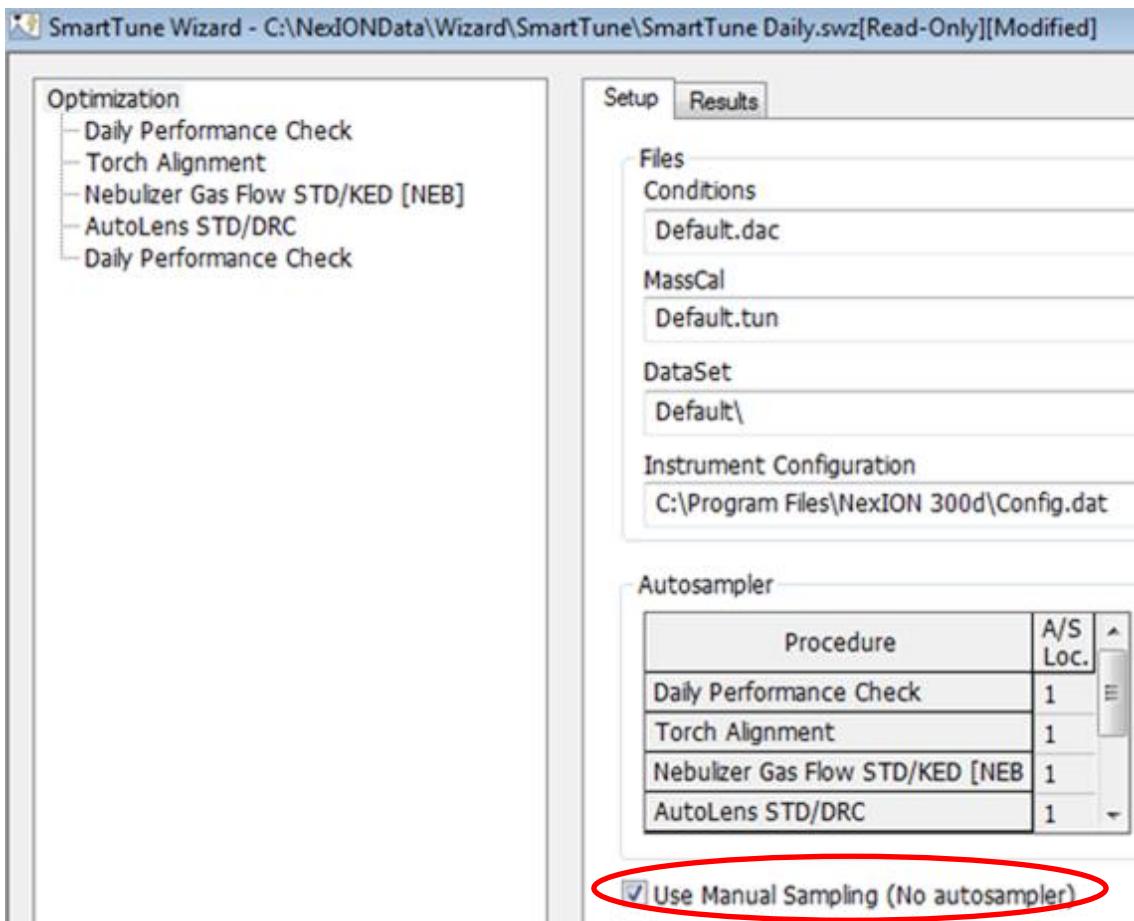
- 6.2.1 Clicar em FILE > OPEN WORKSPACE.



6.2.2 Selecionar SMARTTUNEDAILY CNEN.WRK > ABRIR

6.2.3 Selecionar a janela Selecionar a janela SMART TUNE WIZARD


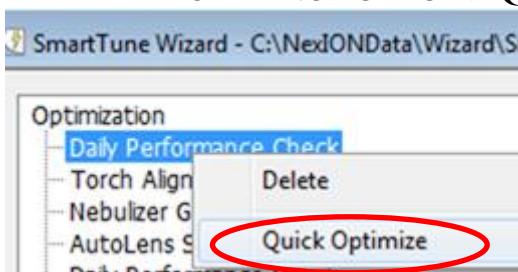
6.2.4 Clicar FILE > OPEN**6.2.5 Selecionar SmartTune Daily CNEN.swz > ABRIR**

6.2.6 Na Janela SMART TUNE WIZARD, marcar a opção USE MANUAL SAMPLING.



6.2.7 Introduzir o capilar de aspiração na solução DAILY.

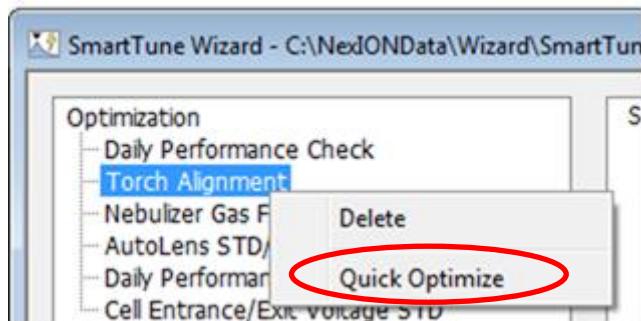
6.2.8 Para verificar se o equipamento está otimizado, clicar com o botão direito em DAILY PERFORMANCE CHECK > QUICK OPTIMIZE.



6.2.9 No relatório gerado, o resultado final deverá ser PASSED.

6.2.10 Caso seja obtido o resultado FAILED, deverá ser realizada otimização completa como descrito nos passos 6.2.11 a 6.2.13.

6.2.11 Clicar com o botão direito em TORCH ALIGNMENT> QUICK OPTIMIZE para otimizar a posição da tocha.



6.2.12 Após o término da otimização da tocha, clicar com o botão direito em NEBULIZER GAS FLOW STD/KED [NEB]> QUICK OPTIMIZE para otimizar a pressão do gás nebulizador.

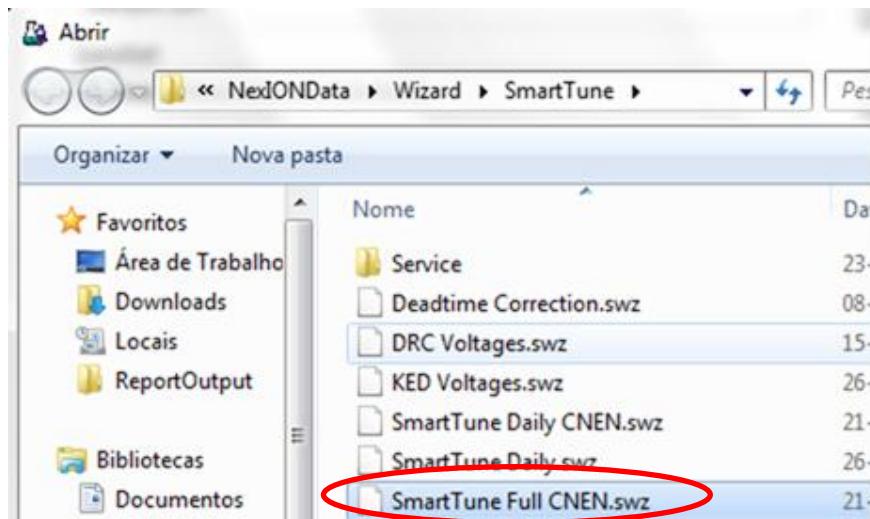
6.2.13 Após o término da otimização da pressão do gás nebulizador, clicar com o botão direito em AUTOLENS STD/KED > QUICK OPTIMIZE para otimizar as tensões do quadrupolo.

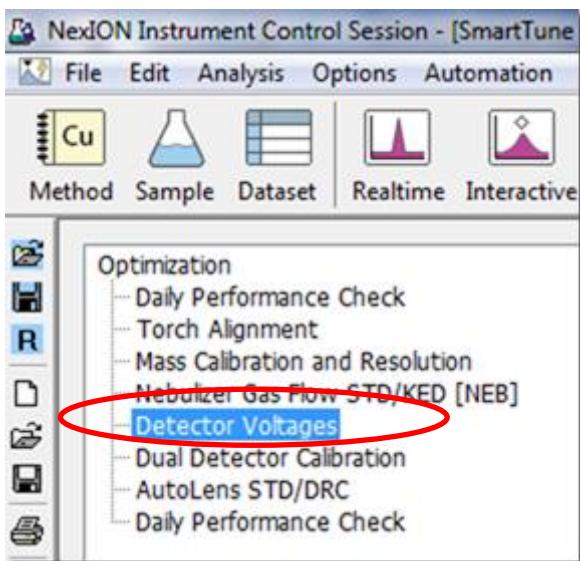
6.2.14 Para verificar se as otimizações foram satisfatórias, clicar com o botão direito em DAILY PERFORMANCE CHECK > QUICK OPTIMIZE.

6.2.15 No relatório gerado, o resultado final deverá ser PASSED.

NOTA 2: Substituir os tubos peristálticos verde/laranja e roxo/roxo caso tenha sido obtido o resultado FAILED novamente e refazer a otimização desde o passo 6.2.14.

NOTA 3: Caso ainda assim a otimização falhar, será necessário carregar o WIZARD SmartTune Full CNEN.swz e efetuar a otimização de voltagem do detector (DETECTOR VOLTAGES > QUICK OPTIMIZE), como exibido nas duas figuras a seguir.





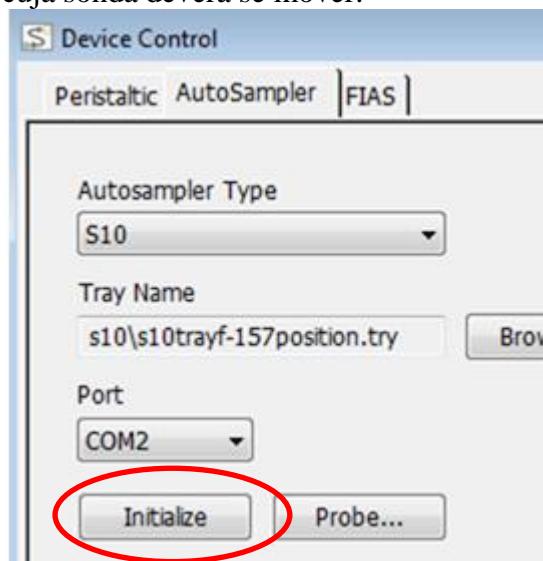
6.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS

6.3.1 Desconectar o capilar da mangueira verde/laranja e conectar o capilar da sonda do amostrador.

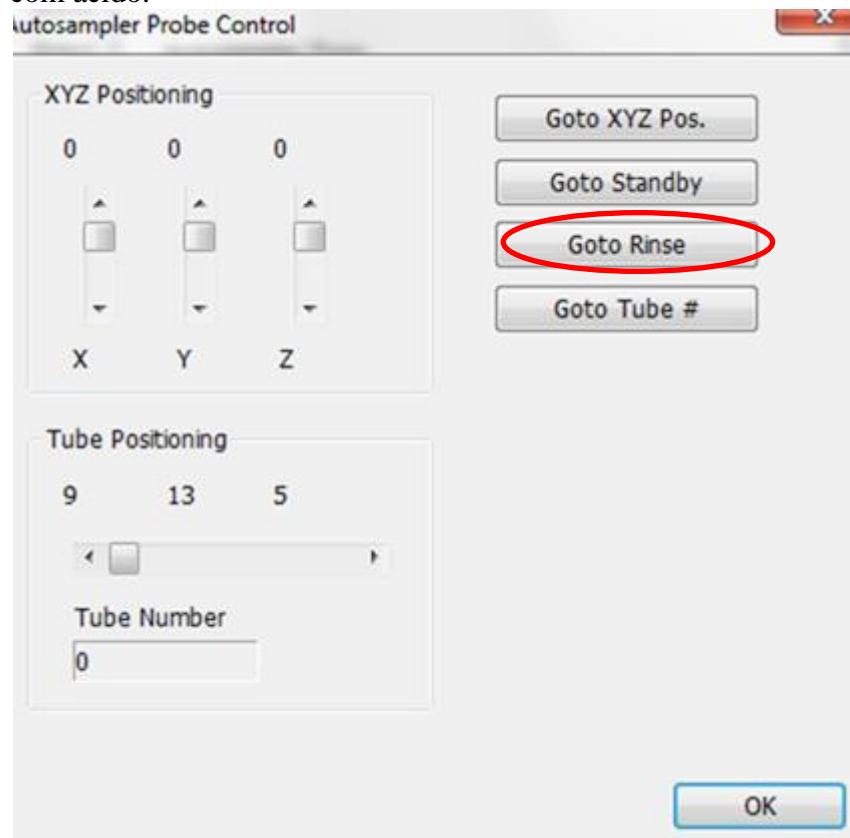
6.3.2 Clicar no ícone DEVICES.



6.3.3 Selecionar a guia AUTOSAMPLER > INTIALIZE para inicializar o autosampler, cuja sonda deverá se mover.



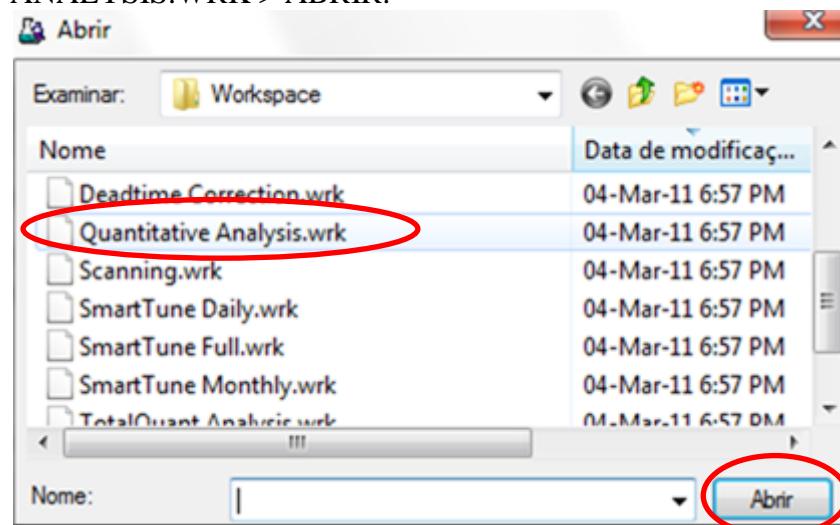
6.3.4 Clicar em PROBE > GO TO RINSE para movimentar a sonda para a lavagem com ácido.



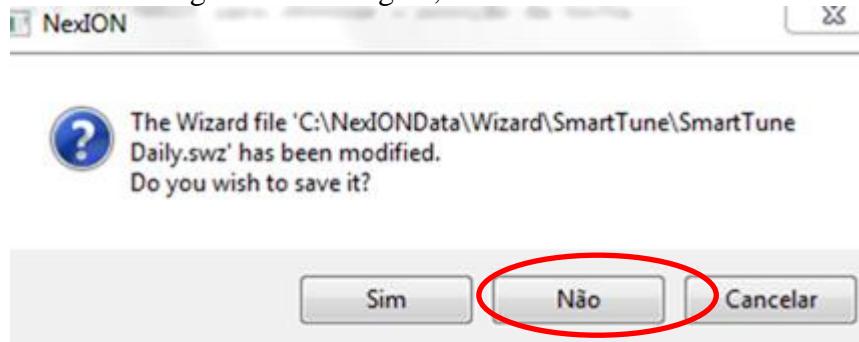
6.3.5 Colocar as soluções no rack dos padrões: Branco na posição 1 e padrões nas posições de 2 a 8 (em ordem crescente como definido no método).

6.3.6 Colocar as amostras no rack das amostras, utilizando posições de 9 até 157.

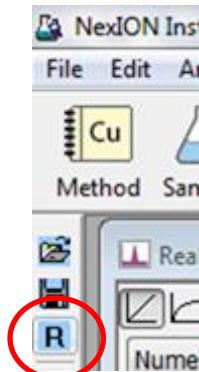
6.3.7 Clicar em FILE > OPEN WORKSPACE e selecionar QUANTITATIVE ANALYSIS.WRK > ABRIR.



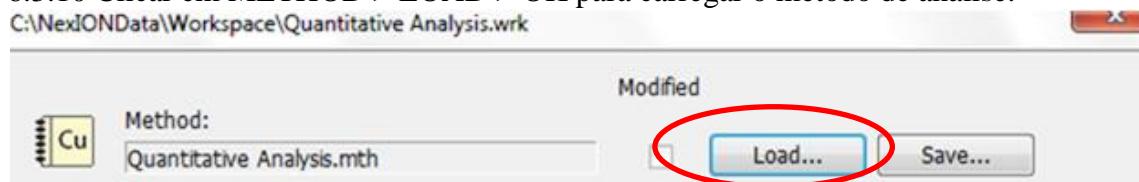
6.3.8 Caso surgir uma mensagem, clicar em NÃO.



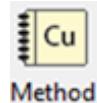
6.3.9 Clicar no ícone R na barra lateral.



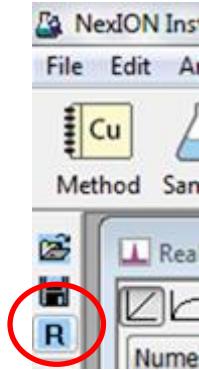
6.3.10 Clicar em METHOD > LOAD > OK para carregar o método de análise.



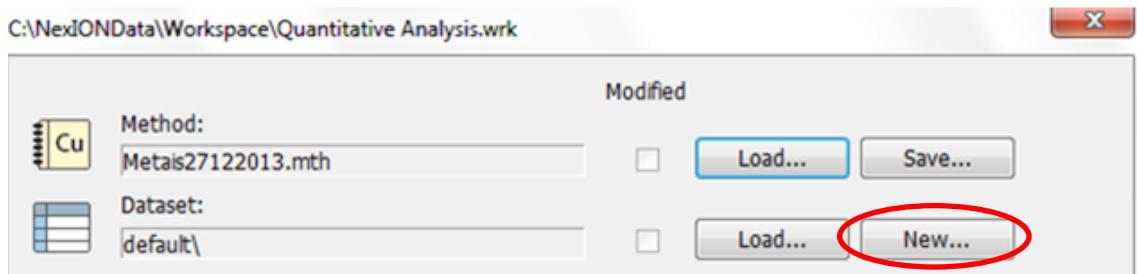
6.3.11 Clicar no ícone METHOD para confirmar se parâmetros do método estão ok.



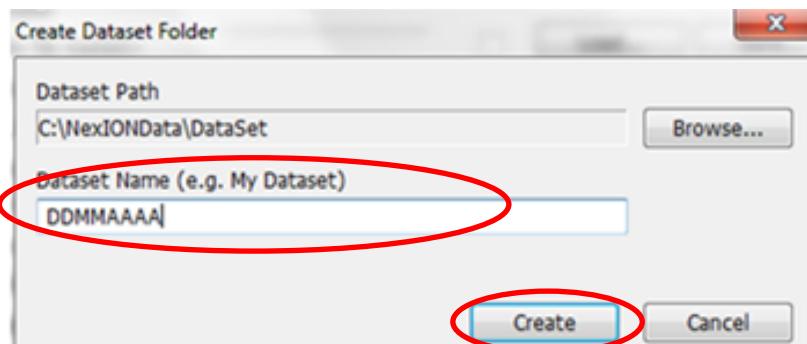
6.3.12 Clicar no ícone R na barra lateral.



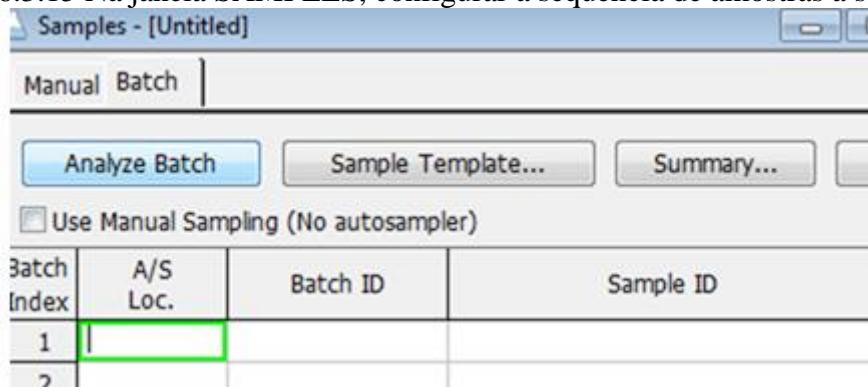
6.3.13 Clicar em DATASET > NEW para criar nova pasta onde serão salvos os resultados da análise das amostras.



6.3.14 Digitar DDMMAAAA e então CREATE > OK.



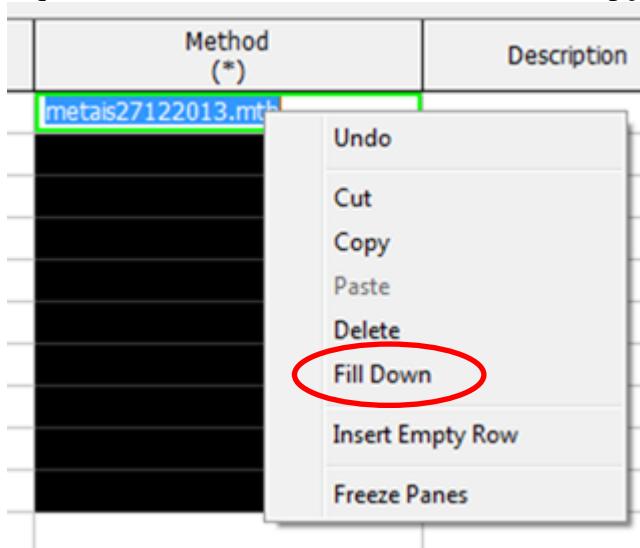
6.3.15 Na janela SAMPLES, configurar a sequência de amostras a serem lidas na tabela.



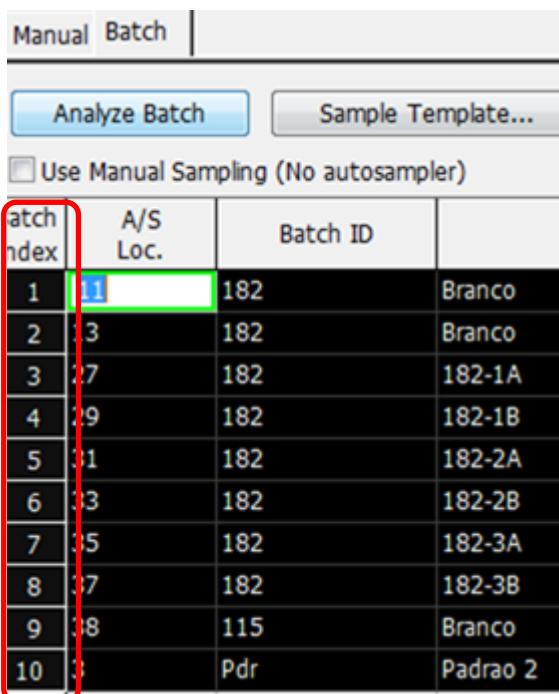
- A/S Loc : posição na bandeja do amostrador onde está amostra a ser lida.
- BATCH ID: identificação da sequência de amostras a serem lidas (PEDIDO XXX/YY).
- SAMPLE ID: nome da amostra
- MEASUREMENT ACTION: Selecionar com o botão direito a opção RUN BLANK, STDS. AND SAMPLES para a primeira linha da tabela e RUN SAMPLE para as demais.
- METHOD: Clicar com o botão direito para selecionar o método de análise
- DESCRIPTION: Inserir informações adicionais sobre a amostra se necessário.
- SAMPLE TYPE: Selecionar a opção SAMPLE
- INITIAL SAMPLE QUANTITY, SAMPLE PREP VOLUME, ALIQUOT VOLUME, DILUTED TO VOLUME: Inserir informações referente a diluição da amostra ou preparação da amostra

- WASH OVERRIDE: Inserir valor em segundos para que a sonda do amostrador permaneça em lavagem por um tempo diferente daquele especificado no método de análise (exemplo: para evitar efeito memória nas análises seguintes).

NOTA 4: O preenchimento da tabela pode ser facilitado para copiar informação repetitiva para as linhas abaixo selecionando-se as células a serem copiadas com o botão esquerdo do mouse e então selecionando-se a opção FILL DOWN.

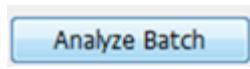


6.3.16 Selecionar as amostras a serem lidas clicando e arrastando com o botão esquerdo do mouse as linhas correspondentes na coluna BATCH INDEX, que ficarão tarjadas em preto.


 A screenshot of a software interface showing a table. The columns are labeled 'Batch Index', 'A/S Loc.', 'Batch ID', and an empty column. The first column 'Batch Index' is highlighted with a red box. The data rows are:

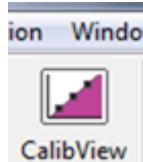
Batch Index	A/S Loc.	Batch ID	
1	11	182	Branco
2	13	182	Branco
3	27	182	182-1A
4	29	182	182-1B
5	31	182	182-2A
6	33	182	182-2B
7	35	182	182-3A
8	37	182	182-3B
9	38	115	Branco
10	3	Pdr	Padrao 2

6.3.17 Clicar então em ANALYZE BATCH.

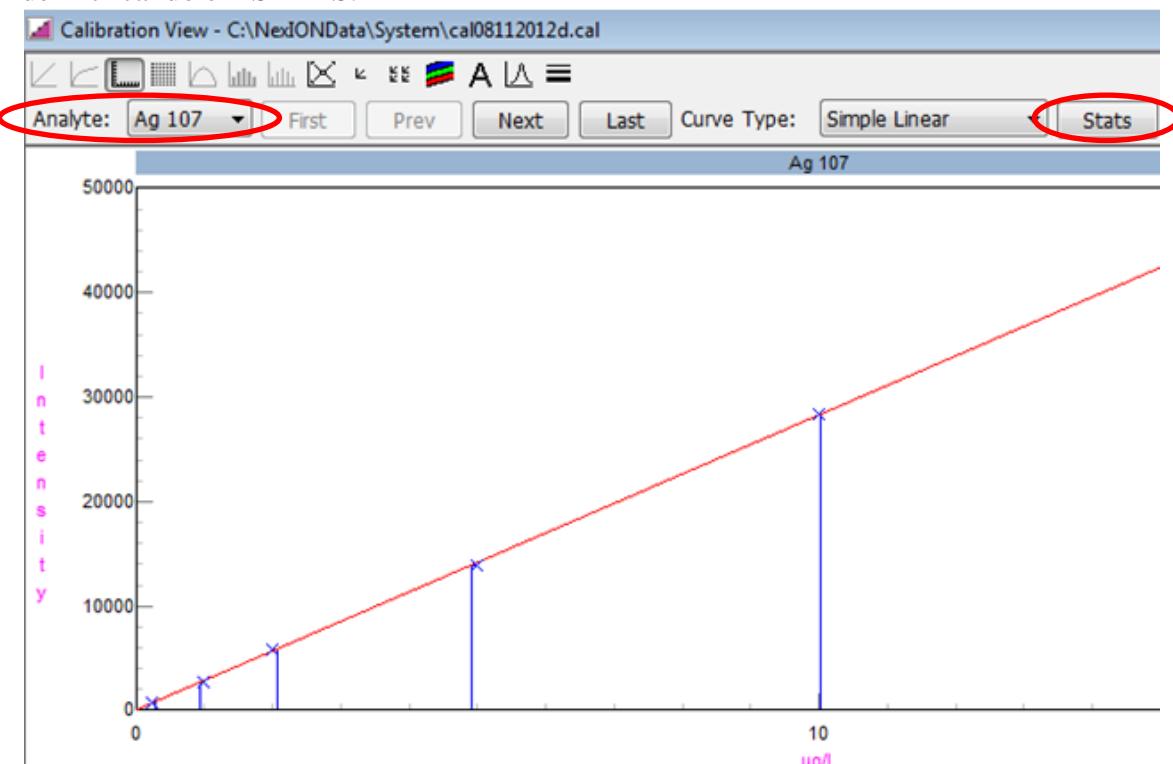

 A screenshot of a software interface showing a button labeled 'Analyze Batch'.

6.3.18 Na janela que surge, marcar a opção AUTOSTOP caso seja necessário desligar o plasma após a análise.

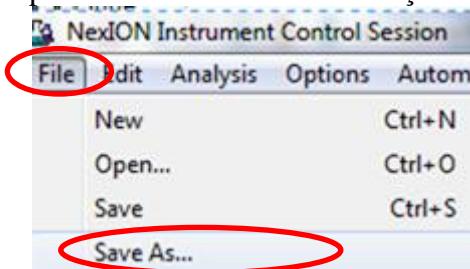
6.3.19 Acompanhar a curva de calibração clicando no ícone CALIBVIEW.



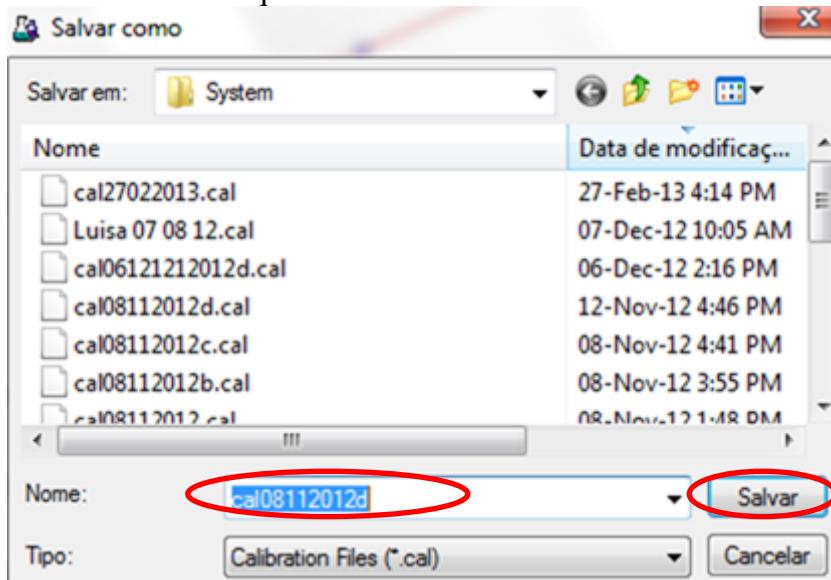
6.3.20 Alterar os elementos para visualização na opção ANALYTE e observar o valor de r^2 clicando em STATS.



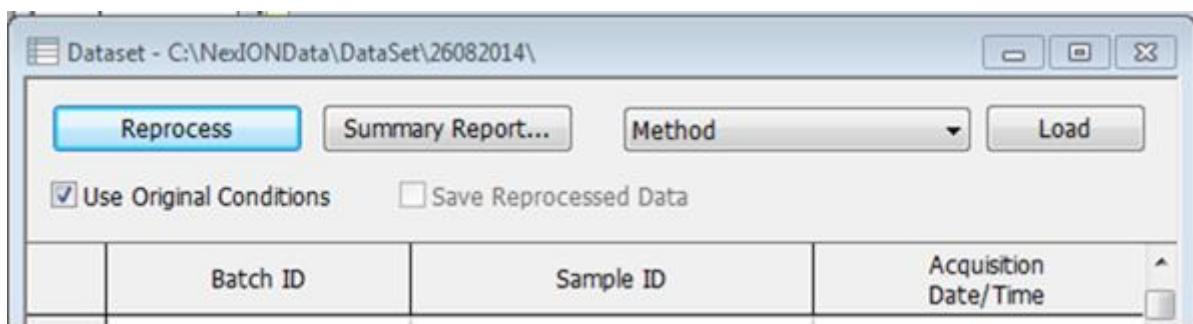
6.3.21 Com a janela CALIBRATION VIEW selecionada, clicar em FILE > SAVE AS para salvar a curva de calibração.



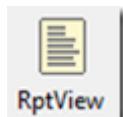
6.3.22 Nomear o arquivo como CAL DDMMAA.cal > SALVAR.



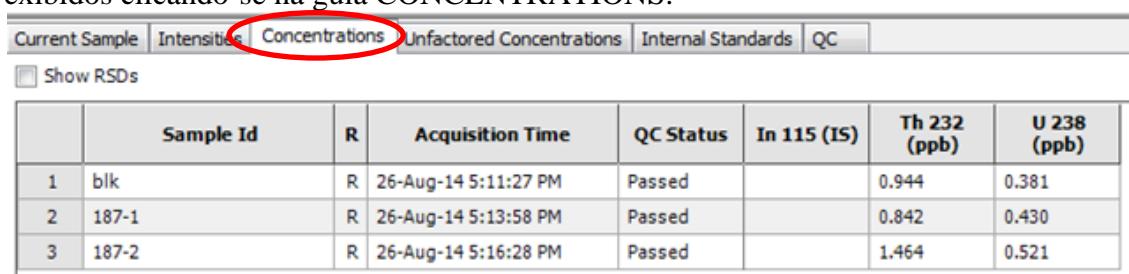
6.3.23 Maximizar a janela DATASET.



6.3.24 Clicar no ícone REPORT VIEW.



6.3.25 Os resultados finais, já com a aplicação dos fatores de massa e diluição, serão exibidos clicando-se na guia CONCENTRATIONS.



Current Sample Intensities Concentrations Unfactored Concentrations Internal Standards QC

Show RSDs

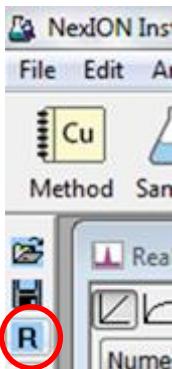
	Sample Id	R	Acquisition Time	QC Status	In 115 (IS)	Th 232 (ppb)	U 238 (ppb)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	Passed		0.944	0.381
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	Passed		0.842	0.430
3	187-2	R	26-Aug-14 5:16:28 PM	Passed		1.464	0.521

6.3.26 Clicar em EXPORT ALL para exportar os resultados se necessário.



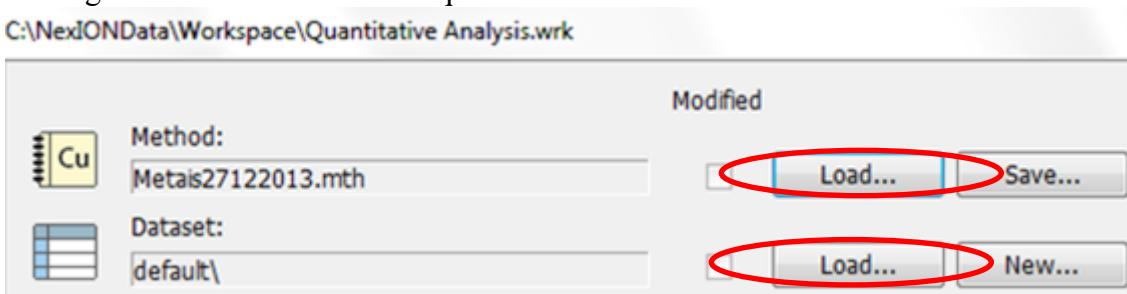
6.4 REPROCESSAR ALTERANDO DADOS DAS AMOSTRAS

6.4.1 Clicar no ícone R na barra lateral.



6.4.2 Clicar em DATASET > LOAD para:

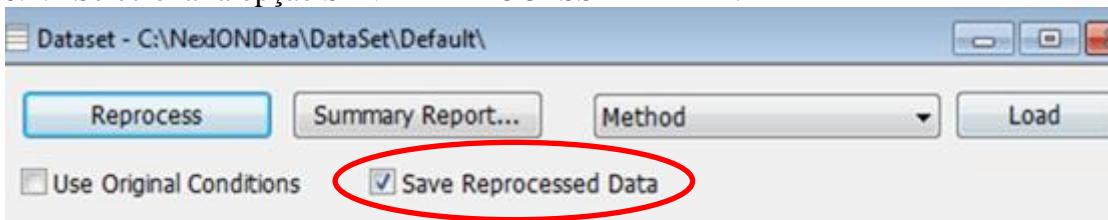
- carregar a pasta (DATASET) onde estão salvos os resultados da análise das amostras;
- carregar o método de análise no qual as amostras foram analisadas.



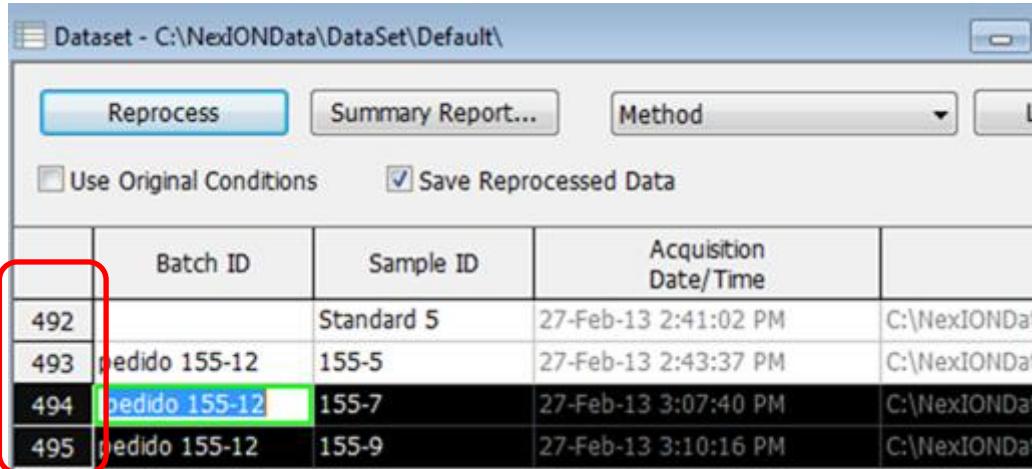
6.4.3 Clicar no ícone DATASET.



6.4.4 Selecionar a opção SAVE REPROCESSED DATA.

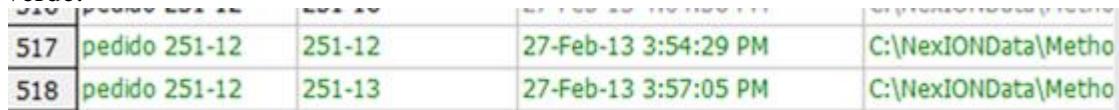


6.4.5 Alterar dados referentes às amostras visualizadas, como nome, diluições, etc, e selecionar as amostras correspondentes clicando com o botão esquerdo na primeira coluna da tabela.



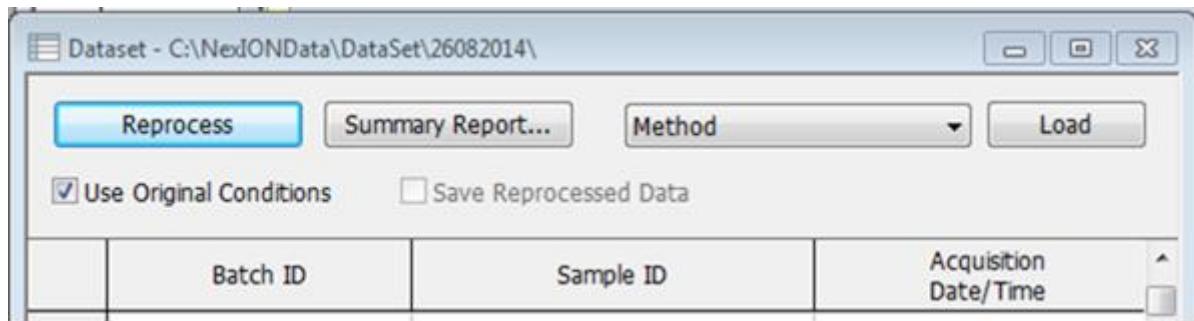
	Batch ID	Sample ID	Acquisition Date/Time	
492		Standard 5	27-Feb-13 2:41:02 PM	C:\NexIONData\
493	pedido 155-12	155-5	27-Feb-13 2:43:37 PM	C:\NexIONData\
494	pedido 155-12	155-7	27-Feb-13 3:07:40 PM	C:\NexIONData\
495	pedido 155-12	155-9	27-Feb-13 3:10:16 PM	C:\NexIONData\

6.4.6 Clicar em REPROCESS para recalcular. A amostra recalculada será reexibida em verde.



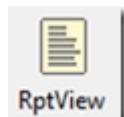
517	pedido 251-12	251-12	27-Feb-13 3:54:29 PM	C:\NexIONData\Metho
518	pedido 251-12	251-13	27-Feb-13 3:57:05 PM	C:\NexIONData\Metho

6.4.7 Maximizar a janela DATASET.

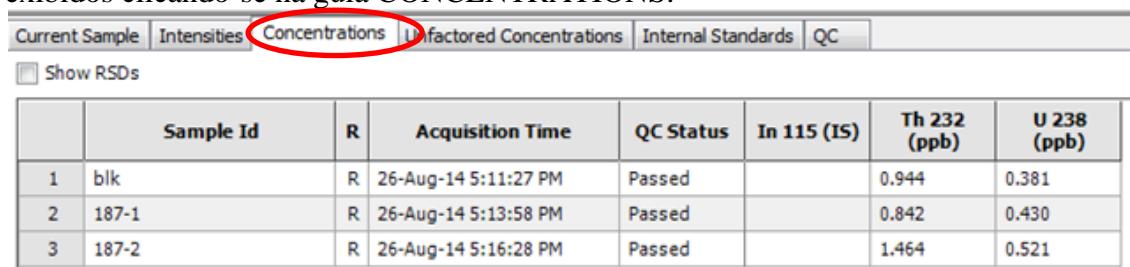


	Batch ID	Sample ID	Acquisition Date/Time	
517				

6.4.8 Clicar no ícone REPORT VIEW.

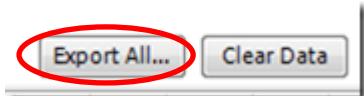


6.4.9 Os resultados finais, já com a aplicação dos fatores de massa e diluição, serão exibidos clicando-se na guia CONCENTRATIONS.



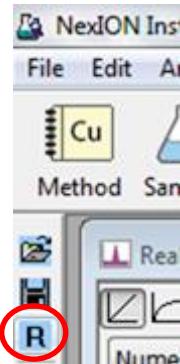
Current Sample	Intensities	Concentrations	Unfactored Concentrations	Internal Standards	QC
<input type="checkbox"/> Show RSds					
	Sample Id	R	Acquisition Time	QC Status	In 115 (IS)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	Passed	
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	Passed	
3	187-2	R	26-Aug-14 5:16:28 PM	Passed	
					Th 232 (ppb)
					U 238 (ppb)

6.4.10 Clicar em EXPORT ALL para exportar os resultados se necessário.



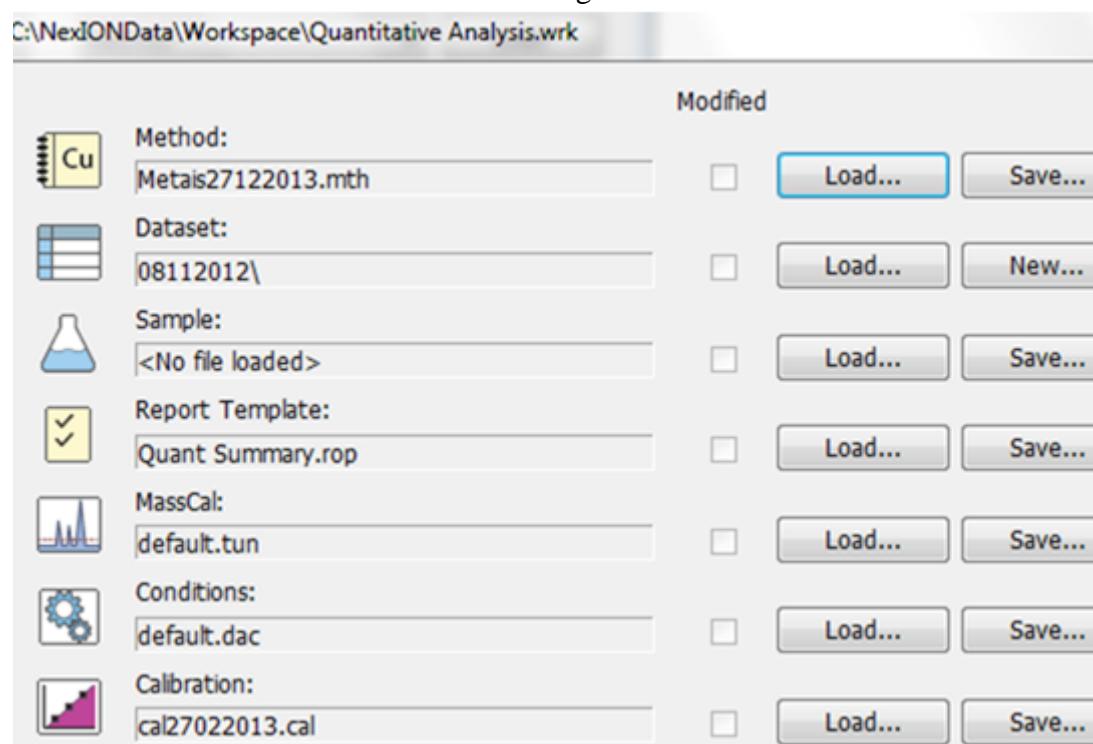
6.5 REPROCESSAR AMOSTRAS OU PADRÕES DA CURVA COM ALTERAÇÕES NO MÉTODO OU CURVA DE CALIBRAÇÃO

6.5.1 Clicar no ícone R na barra lateral.



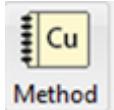
6.5.3 Na janela que surge, configurar da seguinte forma:

- Method: clicar em LOAD e carregar o método de interesse;
- Dataset: clicar em LOAD e carregar a pasta com os resultados;
- Calibration: clicar em LOAD e carregar a curva de interesse.



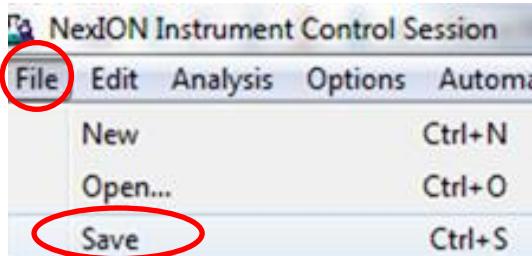
6.5.4 Clicar em OK

6.5.5 Clicar em METHOD.



6.5.6 Fazer as devidas alterações nos parâmetros do método.

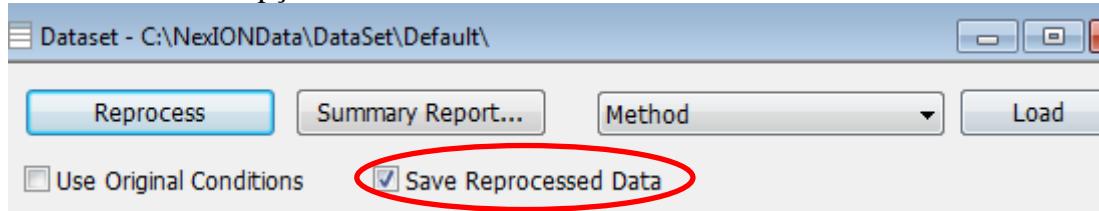
6.5.7 Clicar em FILE > SAVE.



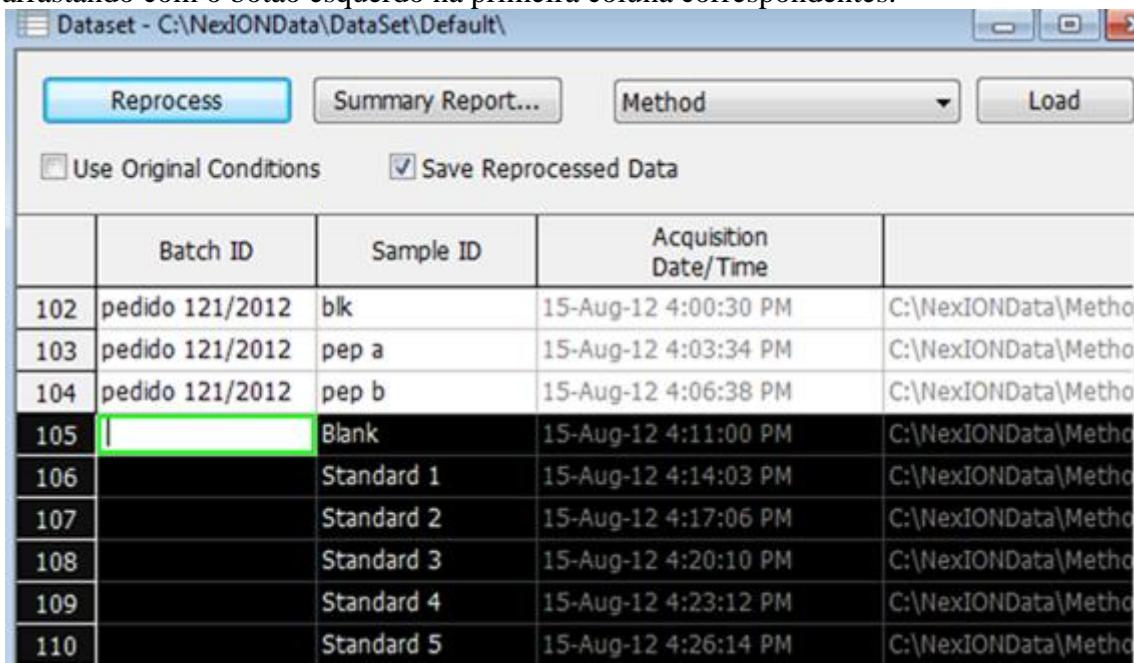
6.5.8 Clicar em DATASET.



6.5.9 Selecionar a opção SAVE REPROCESSED DATA.

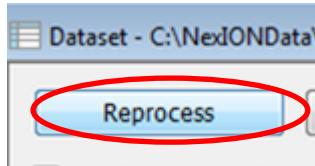


6.5.10 Selecionar as amostras ou padrões/branco a serem reprocessados, clicando e arrastando com o botão esquerdo na primeira coluna correspondentes.

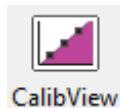


	Batch ID	Sample ID	Acquisition Date/Time	
102	pedido 121/2012	blk	15-Aug-12 4:00:30 PM	C:\NexIONData\Method
103	pedido 121/2012	pep a	15-Aug-12 4:03:34 PM	C:\NexIONData\Method
104	pedido 121/2012	pep b	15-Aug-12 4:06:38 PM	C:\NexIONData\Method
105	Blank		15-Aug-12 4:11:00 PM	C:\NexIONData\Method
106		Standard 1	15-Aug-12 4:14:03 PM	C:\NexIONData\Method
107		Standard 2	15-Aug-12 4:17:06 PM	C:\NexIONData\Method
108		Standard 3	15-Aug-12 4:20:10 PM	C:\NexIONData\Method
109		Standard 4	15-Aug-12 4:23:12 PM	C:\NexIONData\Method
110		Standard 5	15-Aug-12 4:26:14 PM	C:\NexIONData\Method

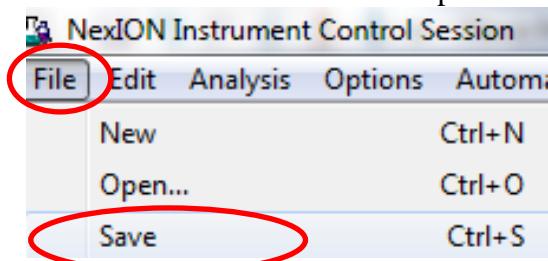
6.5.11 Clicar em REPROCESS.



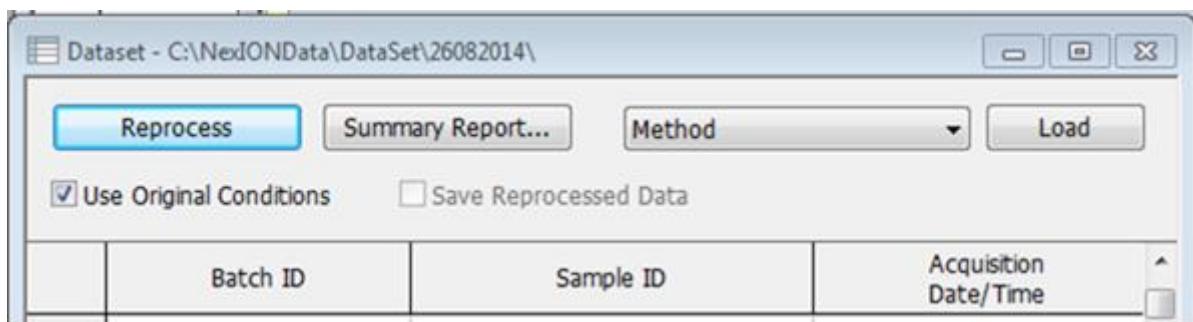
6.5.12 Para visualizar a nova curva de calibração, clicar em CALIBVIEW.



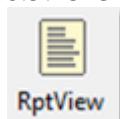
6.5.13 Clicar em FILE > SAVE para salvar a curva de calibração.



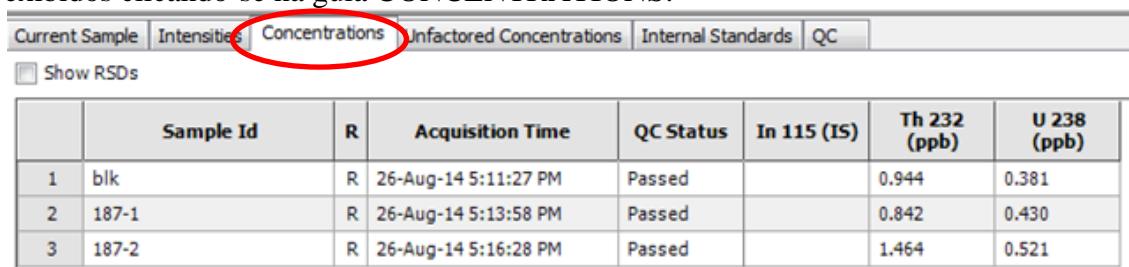
6.5.14 Maximizar a janela DATASET.



6.5.15 Clicar no ícone REPORT VIEW.



6.5.16 Os resultados finais, já com a aplicação dos fatores de massa e diluição, serão exibidos clicando-se na guia CONCENTRATIONS.



Current Sample	Intensities	Concentrations	Unfactored Concentrations	Internal Standards	QC
<input type="checkbox"/> Show RSDs					
	Sample Id	R	Acquisition Time	QC Status	In 115 (IS)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	Passed	
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	Passed	
3	187-2	R	26-Aug-14 5:16:28 PM	Passed	
				Th 232 (ppb)	U 238 (ppb)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	0.944	0.381
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	0.842	0.430
3	187-2	R	26-Aug-14 5:16:28 PM	1.464	0.521

6.5.17 Clicar em EXPORT ALL para exportar os resultados se necessário.



6.6 DESLIGAR O INSTRUMENTO

6.6.1 Para desligar o plasma, clicar na janela INSTRUMENT > guia MAIN e PLASMA > OFF.

6.6.2 Desligar o chiller do instrumento.

6.6.3 Caso o instrumento deva permanecer desligado por mais de 2 dias, clicar em VACUUM > STOP; fechar o cilindro de argônio, desligar o insuflador de ar e desligar o instrumento a partir das duas botoeiras localizado na parte traseira do instrumento.

7 - QUADRO DE EDIÇÃO

REVISÃO	PÁGINA	DATA	ELABORAÇÃO	OBSERVAÇÕES
-	Todas	22/setembro/2014	Rodrigo L. Bonifácio	Versão preliminar do documento apresentada para comentários

8 – ANEXOS

Não aplicável.