



**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.

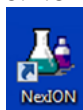
6.1.4 Ligar insuflador.

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.

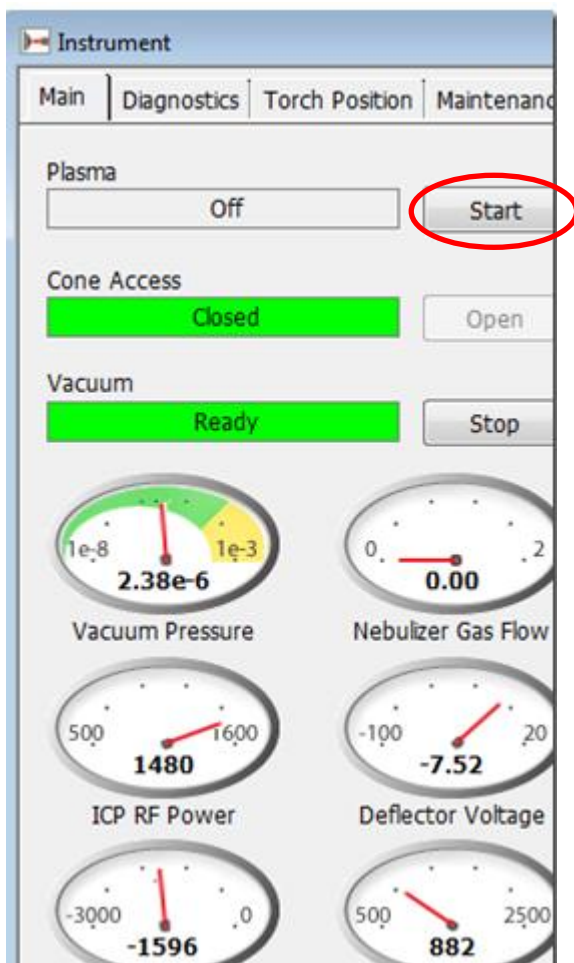
6.1.7 Ligar computador.

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  $1 \times 10^{-7}$  Torr.

6.1.10 Clicar em PLASMA > START.

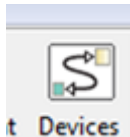


6.1.11 Prender as mangueiras na bomba interna.

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

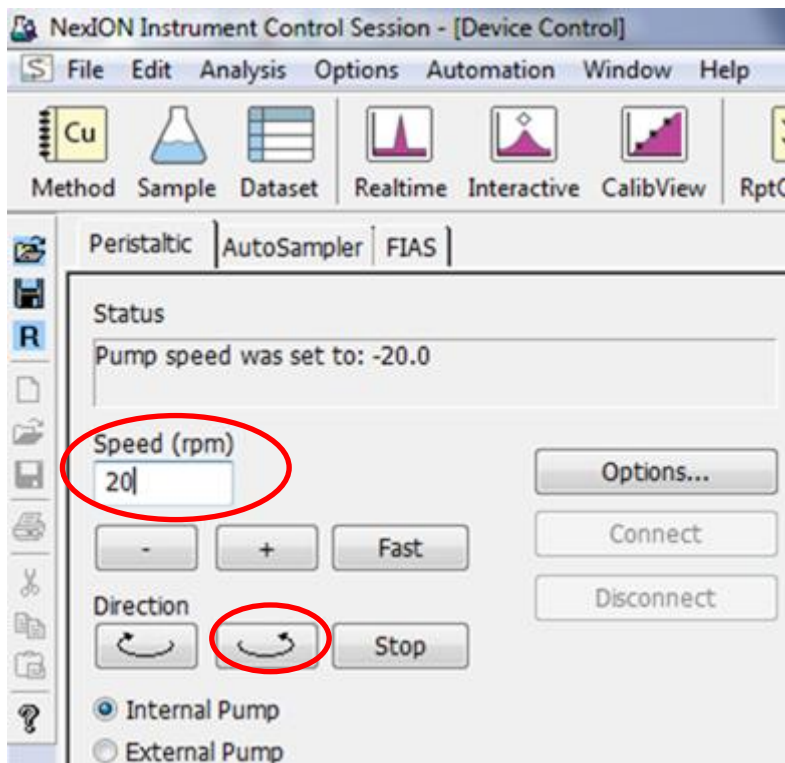
6.1.13 Introduzir o capilar de aspiração em frasco de água.

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 bombear amostras e esvaziar a câmara de nebulização.

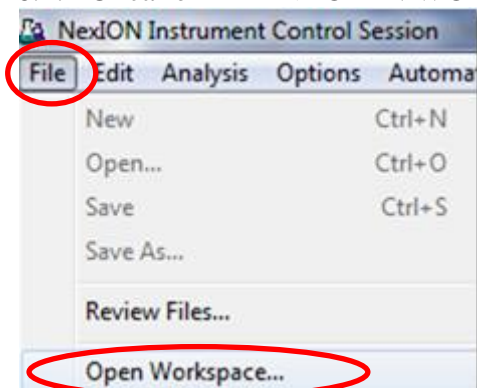
NOTA 1: Clicar em FAST para bombeamento máximo ou STOP para parar a bomba.



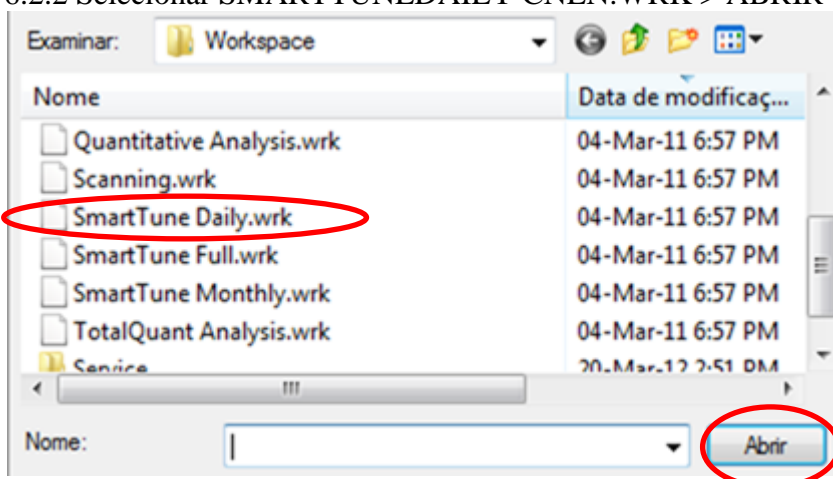
6.1.16 Aguardar 15 minutos.

## 6.2 OTIMIZAR INSTRUMENTO

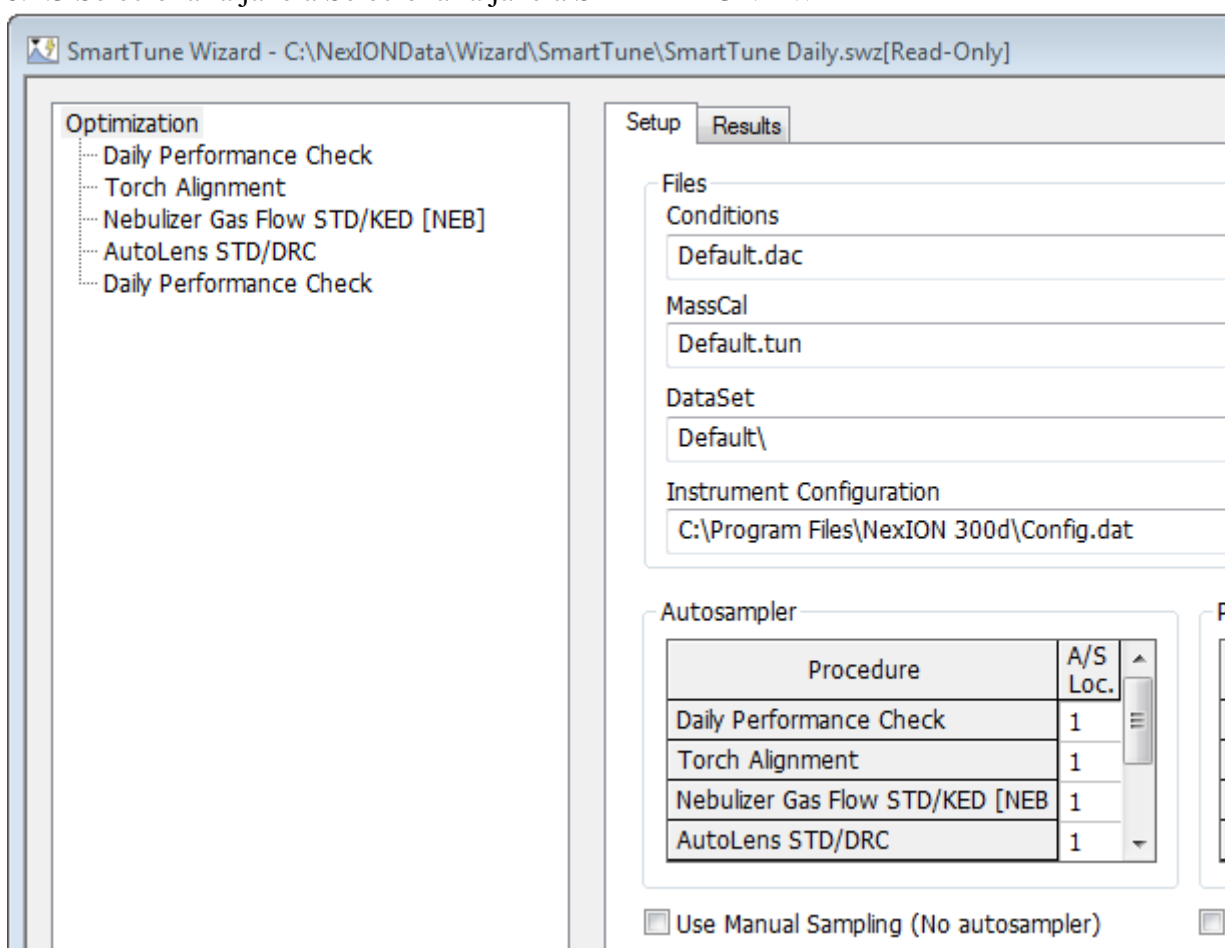
6.2.1 Clicar em FILE > OPEN WORKSPACE.



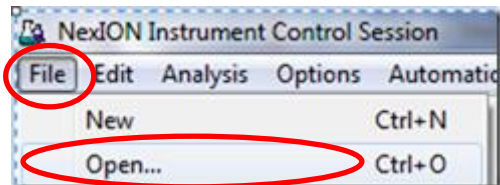
### 6.2.2 Selecionar SMARTTUNEDAILY CNEN.WRK > ABRIR



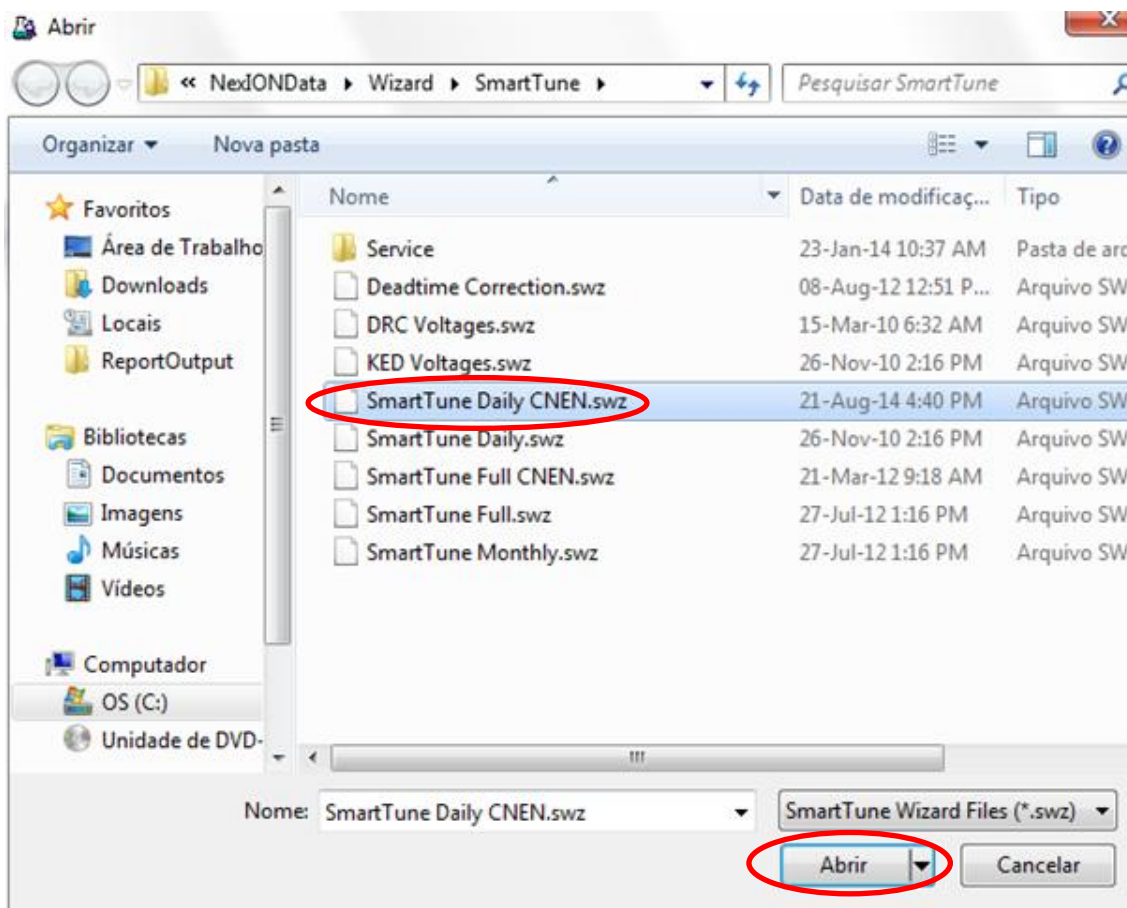
### 6.2.3 Selecionar a janela Selecionar a janela SMART TUNE WIZARD



6.2.4 Clicar FILE > OPEN

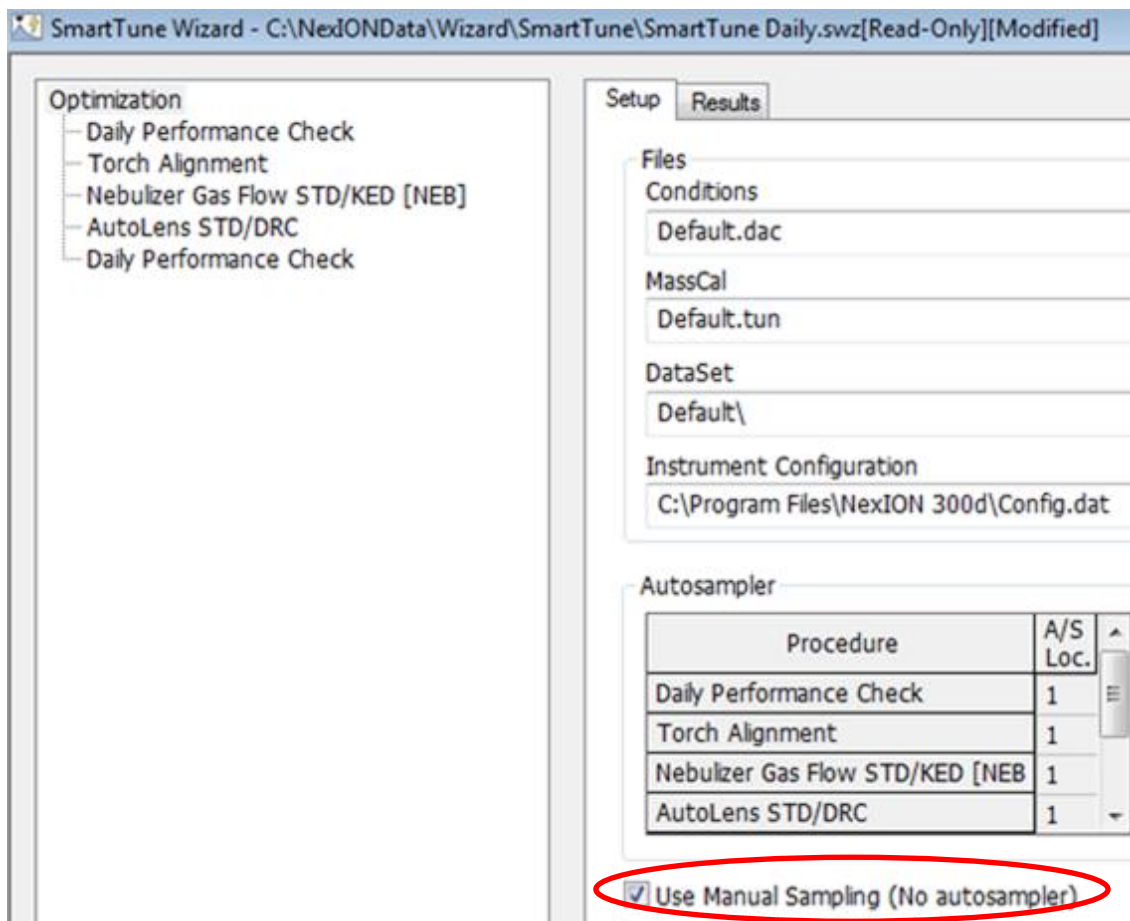


6.2.5 Selecionar SmartTune Daily CNEN.swz > ABRIR



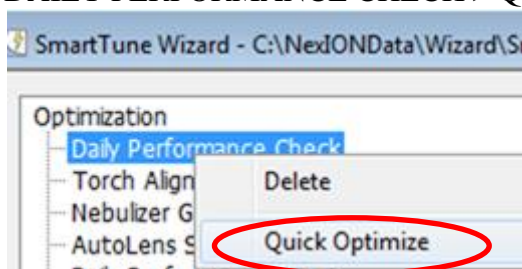


6.2.6 Na Janela SMART TUNE WIZARD, marcar a opção USE MANUAL SAMPLING.



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.

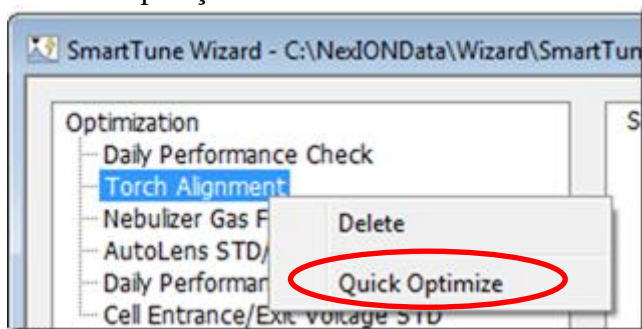


6.2.9 No relatório gerado, o resultado final deverá ser PASSED.

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

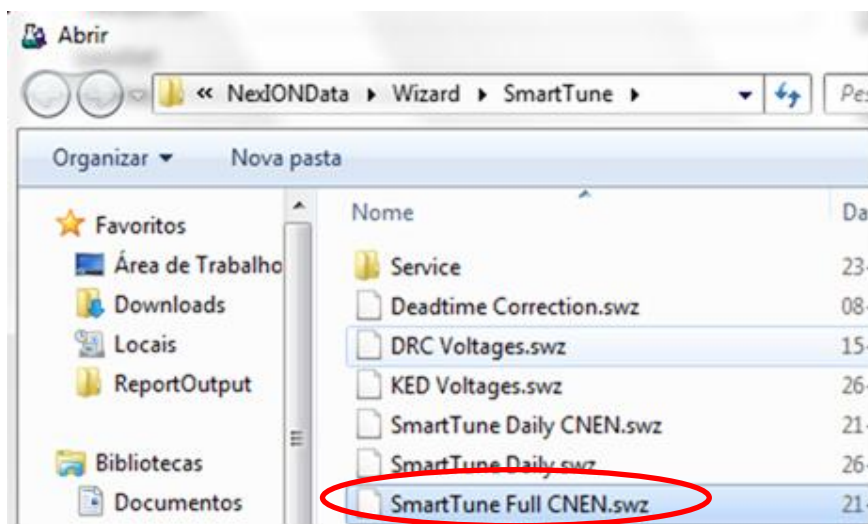
6.2.13 Após o término da otimização da pressão do gás nebulizador, clicar com o botão direito em AUTOLENS STD/KED > QUICK OPTIMIZE para otimizar as tensões do quadrupolo.

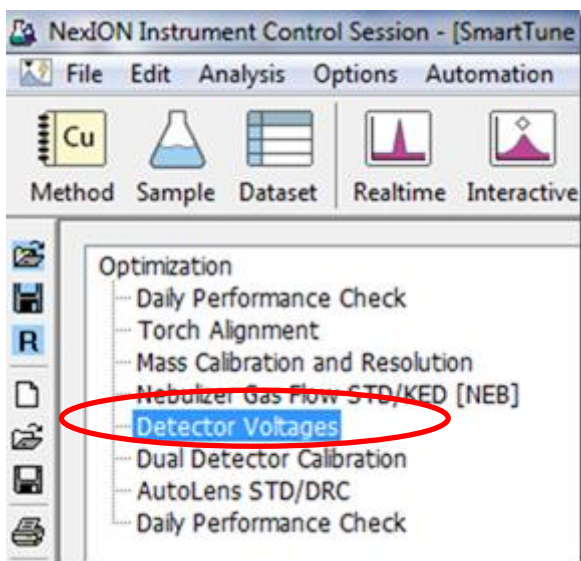
6.2.14 Para verificar se as otimizações foram satisfatórias, clicar com o botão direito em DAILY PERFORMANCE CHECK > QUICK OPTIMIZE.

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.

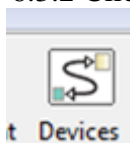




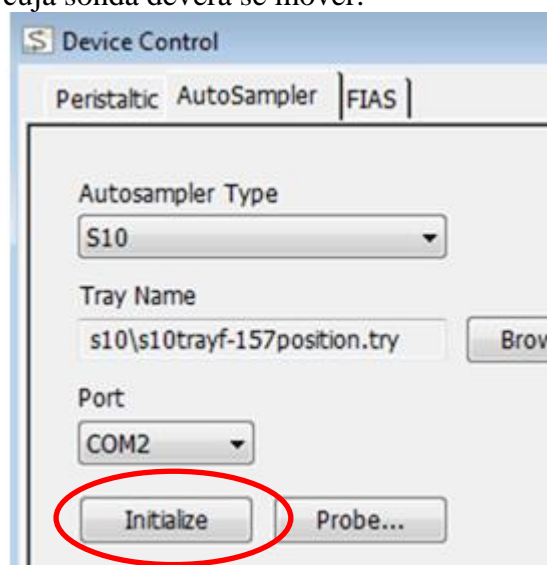
## 6.3 ANÁLISE DAS AMOSTRAS

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

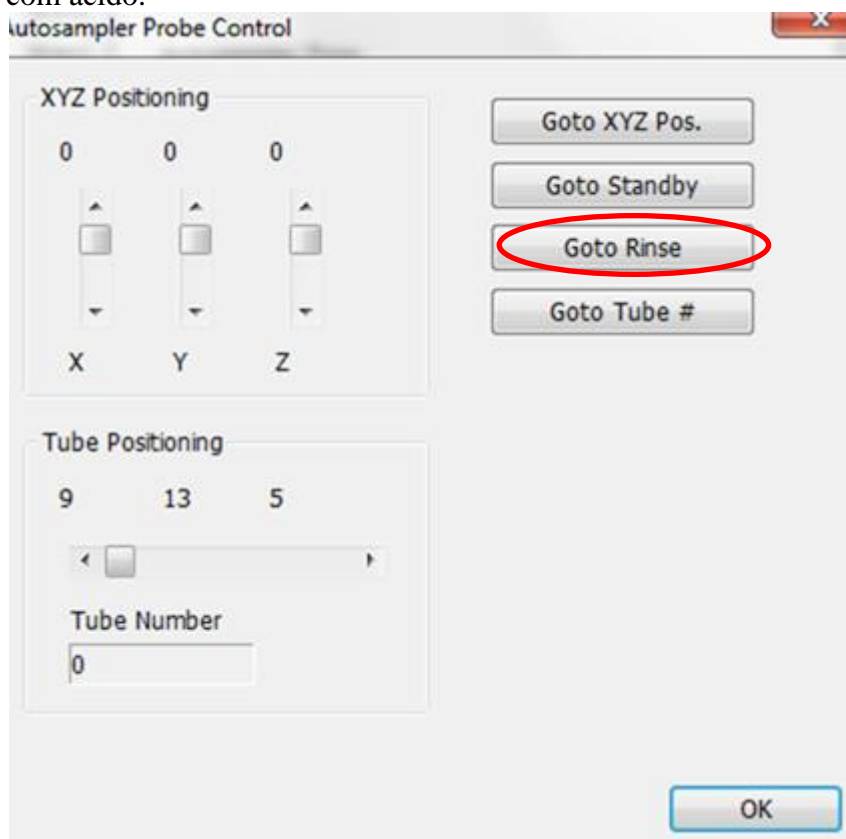
6.3.2 Clicar no ícone DEVICES.



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



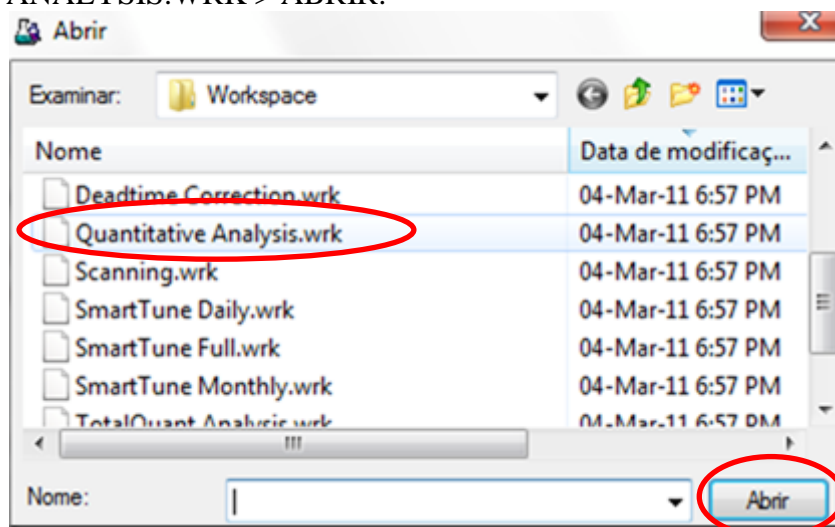
6.3.4 Clicar em PROBE > GO TO RINSE para movimentar a sonda para a lavagem com ácido.



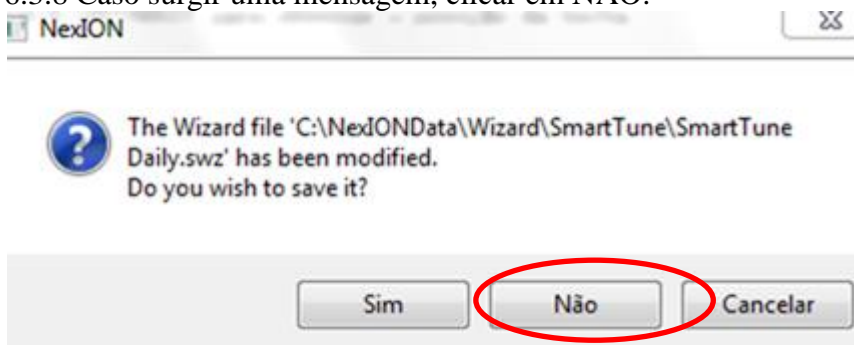
6.3.5 Colocar as soluções no rack dos padrões: Branco na posição 1 e padrões nas posições de 2 a 8 (em ordem crescente como definido no método).

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

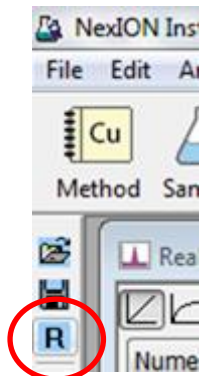
6.3.7 Clicar em FILE > OPEN WORKSPACE e selecionar QUANTITATIVE ANALYSIS.WRK > ABRIR.



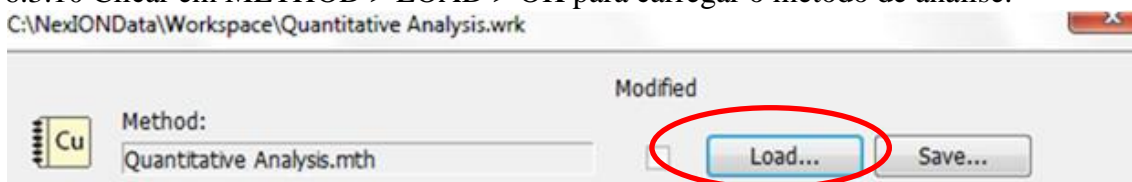
6.3.8 Caso surgir uma mensagem, clicar em NÃO.



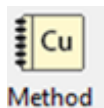
6.3.9 Clicar no ícone R na barra lateral.



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



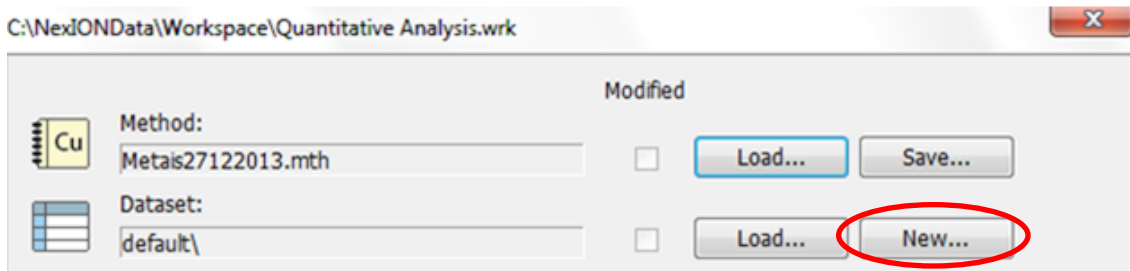
6.3.11 Clicar no ícone METHOD para confirmar se parâmetros do método estão ok.



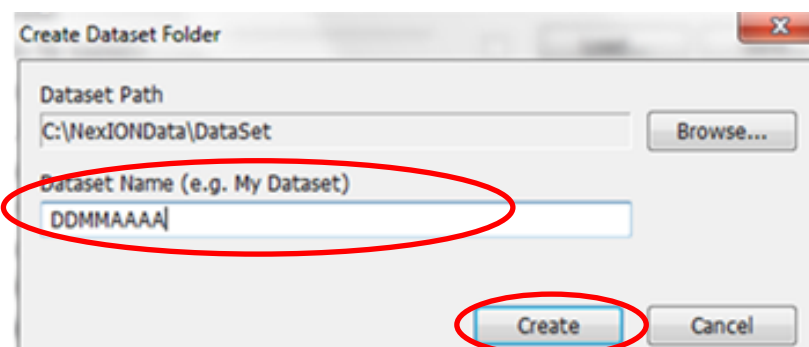
6.3.12 Clicar no ícone R na barra lateral.



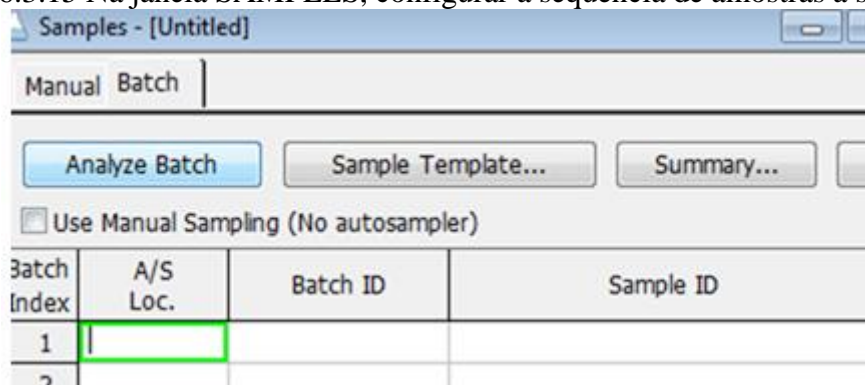
6.3.13 Clicar em DATASET > NEW para criar nova pasta onde serão salvos os resultados da análise das amostras.



6.3.14 Digitar DDMMAAA e então CREATE > OK.



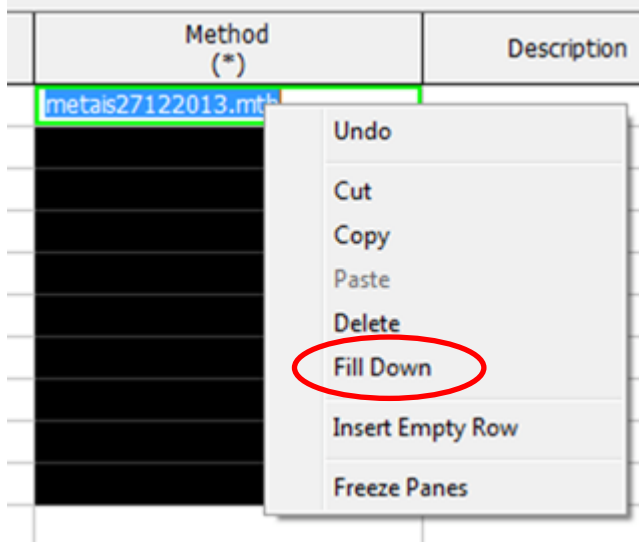
6.3.15 Na janela SAMPLES, configurar a sequência de amostras a serem lidas na tabela.



- 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.

Manual Batch

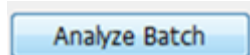
Analyze Batch

Sample Template...

☐ Use Manual Sampling (No autosampler)

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

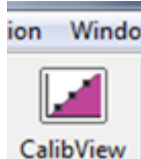
6.3.17 Clicar então em ANALYZE BATCH.



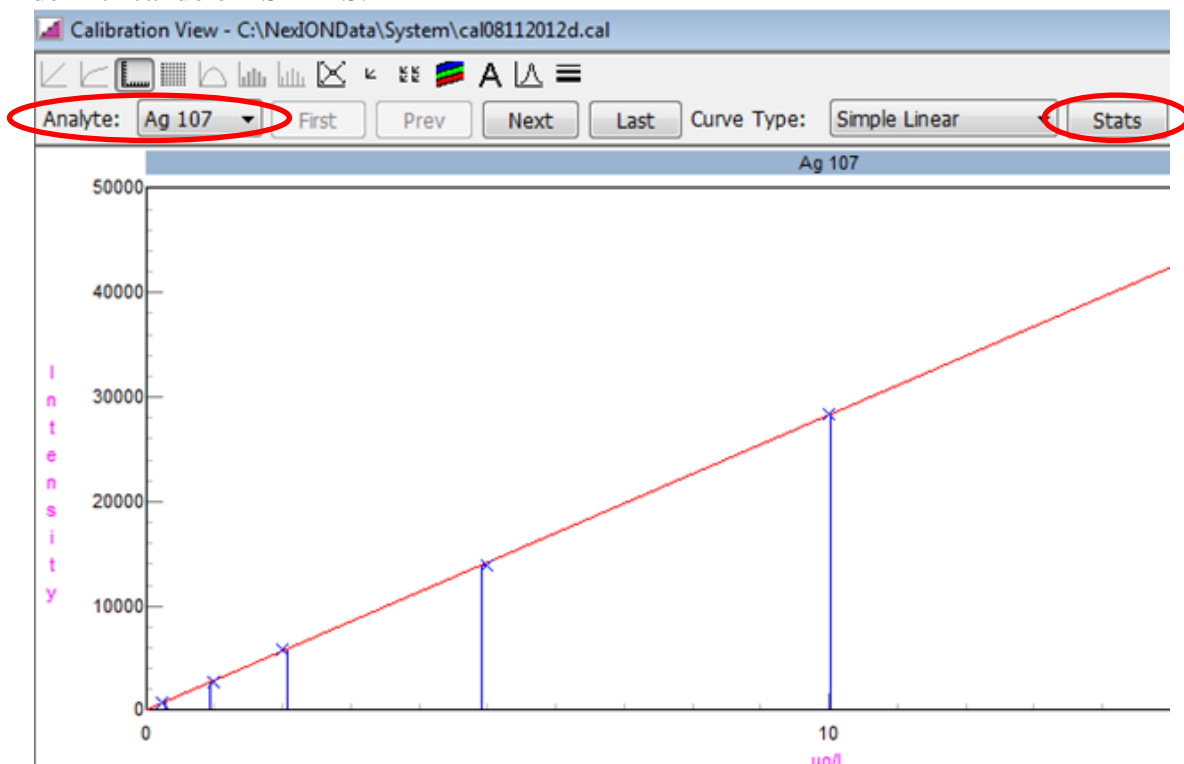


6.3.18 Na janela que surge, marcar a opção AUTOSTOP caso seja necessário desligar o plasma após a análise.

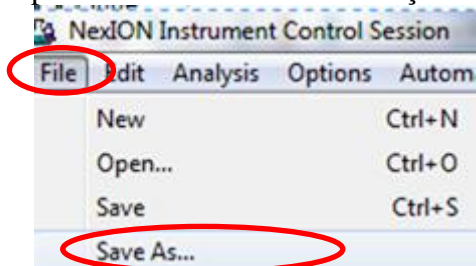
6.3.19 Acompanhar a curva de calibração clicando no ícone CALIBVIEW.



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

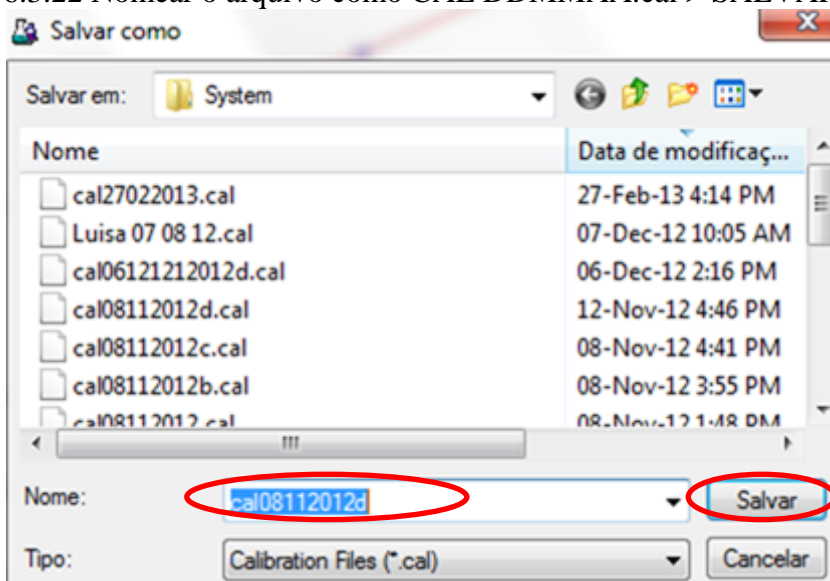


6.3.21 Com a janela CALIBRATION VIEW selecionada, clicar em FILE > SAVE AS para salvar a curva de calibração.

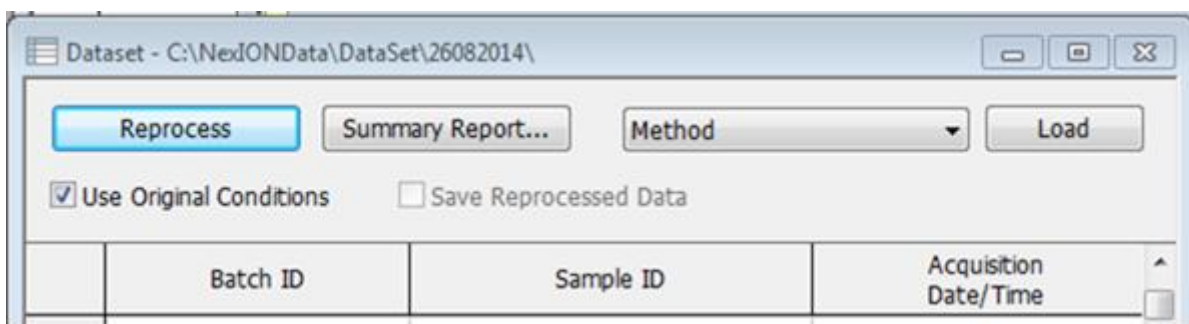




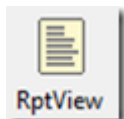
6.3.22 Nomear o arquivo como CAL DDMMAA.cal > SALVAR.



6.3.23 Maximizar a janela DATASET.



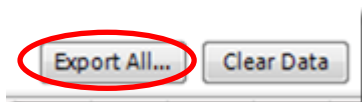
6.3.24 Clicar no ícone REPORT VIEW.



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

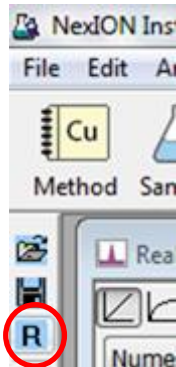
Current Sample	Intensity	Concentrations	Unfactored Concentrations	Internal Standards	QC		
<input type="checkbox"/> Show RSDs							
	Sample Id	R	Acquisition Time	QC Status	In 115 (IS)	Th 232 (ppb)	U 238 (ppb)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	Passed		0.944	0.381
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	Passed		0.842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



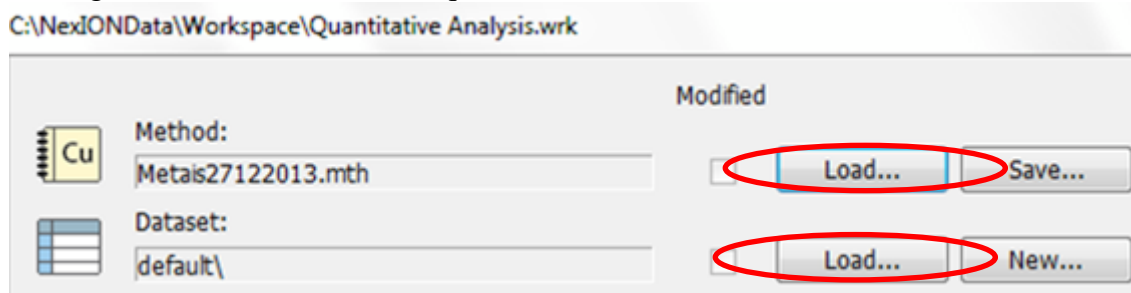
## 6.4 REPROCESSAR ALTERANDO DADOS DAS AMOSTRAS

6.4.1 Clicar no ícone R na barra lateral.

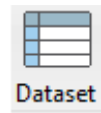


6.4.2 Clicar em DATASET > LOAD para:

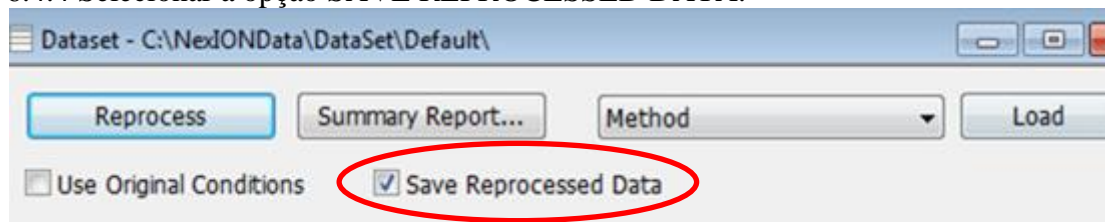
- carregar a pasta (DATASET) onde estão salvos os resultados da análise das amostras;
- carregar o método de análise no qual as amostras foram analisadas.



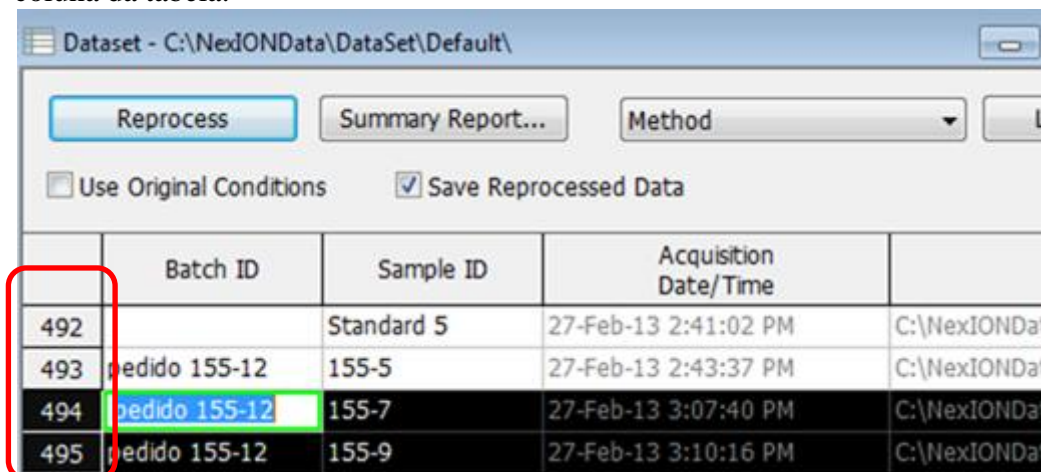
6.4.3 Clicar no ícone DATASET.



6.4.4 Selecionar a opção SAVE REPROCESSED DATA.

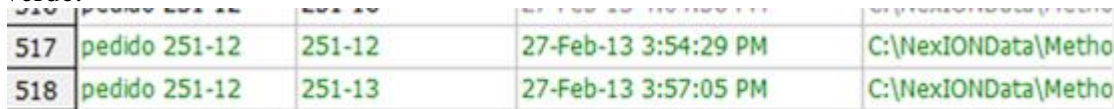


6.4.5 Alterar dados referentes às amostras visualizadas, como nome, diluições, etc, e selecionar as amostras correspondentes clicando com o botão esquerdo na primeira coluna da tabela.



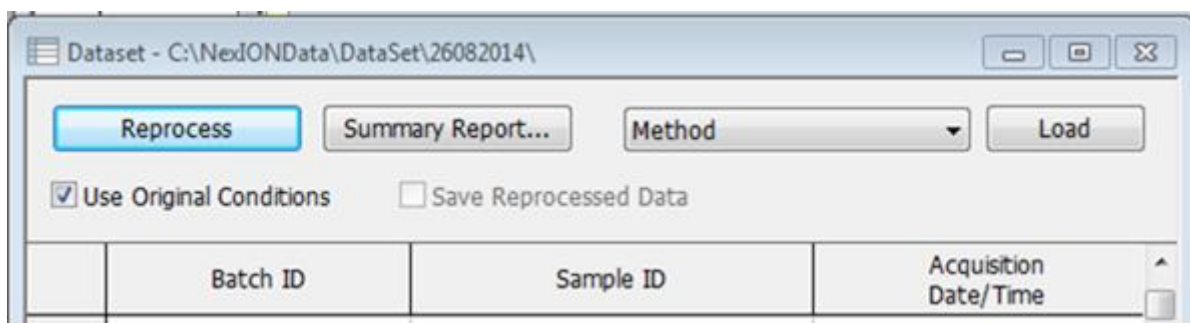
	Batch ID	Sample ID	Acquisition Date/Time	
492		Standard 5	27-Feb-13 2:41:02 PM	C:\NexIONData
493	pedido 155-12	155-5	27-Feb-13 2:43:37 PM	C:\NexIONData
494	pedido 155-12	155-7	27-Feb-13 3:07:40 PM	C:\NexIONData
495	pedido 155-12	155-9	27-Feb-13 3:10:16 PM	C:\NexIONData

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



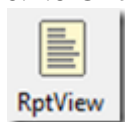
517	pedido 251-12	251-12	27-Feb-13 3:54:29 PM	C:\NexIONData\Metho
518	pedido 251-12	251-13	27-Feb-13 3:57:05 PM	C:\NexIONData\Metho

6.4.7 Maximizar a janela DATASET.

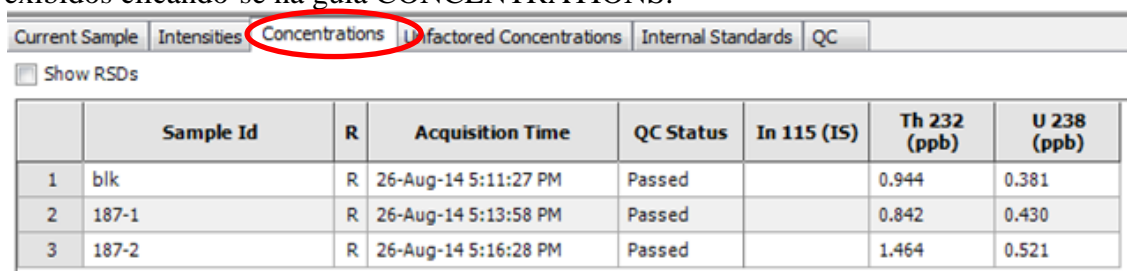


	Batch ID	Sample ID	Acquisition Date/Time	
517	pedido 251-12	251-12	27-Feb-13 3:54:29 PM	C:\NexIONData\Metho
518	pedido 251-12	251-13	27-Feb-13 3:57:05 PM	C:\NexIONData\Metho

6.4.8 Clicar no ícone REPORT VIEW.

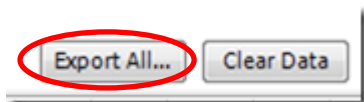


6.4.9 Os resultados finais, já com a aplicação dos fatores de massa e diluição, serão exibidos clicando-se na guia CONCENTRATIONS.



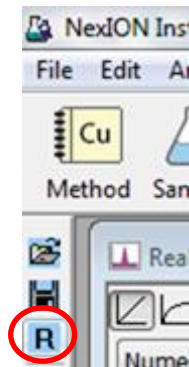
	Sample Id	R	Acquisition Time	QC Status	In 115 (IS)	Th 232 (ppb)	U 238 (ppb)
1	blk	R	26-Aug-14 5:11:27 PM	Passed		0.944	0.381
2	187-1	R	26-Aug-14 5:13:58 PM	Passed		0.842	0.430
3	187-2	R	26-Aug-14 5:16:28 PM	Passed		1.464	0.521

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



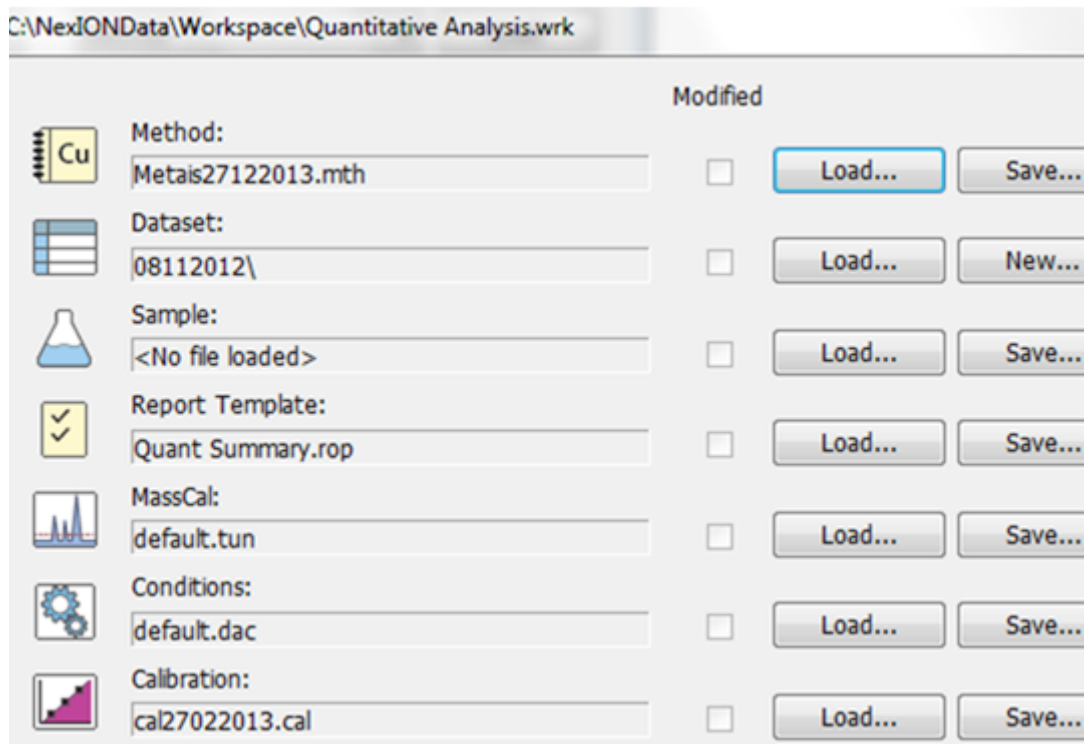
## 6.5 REPROCESSAR AMOSTRAS OU PADRÕES DA CURVA COM ALTERAÇÕES NO MÉTODO OU CURVA DE CALIBRAÇÃO

6.5.1 Clicar no ícone R na barra lateral.



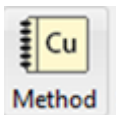
6.5.3 Na janela que surge, configurar da seguinte forma:

- 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.



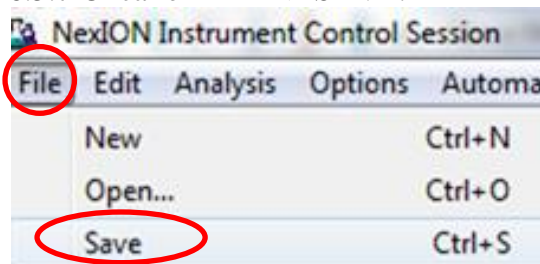
6.5.4 Clicar em OK

6.5.5 Clicar em METHOD.



6.5.6 Fazer as devidas alterações nos parâmetros do método.

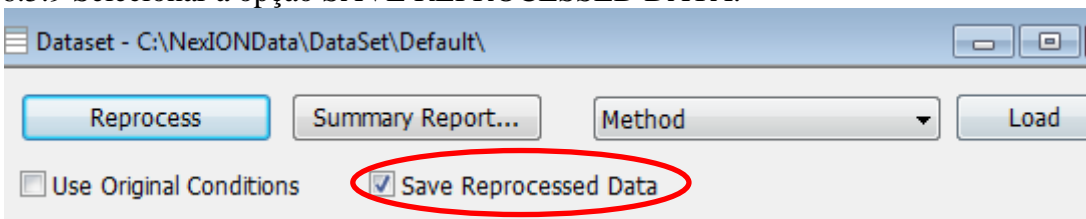
6.5.7 Clicar em FILE > SAVE.



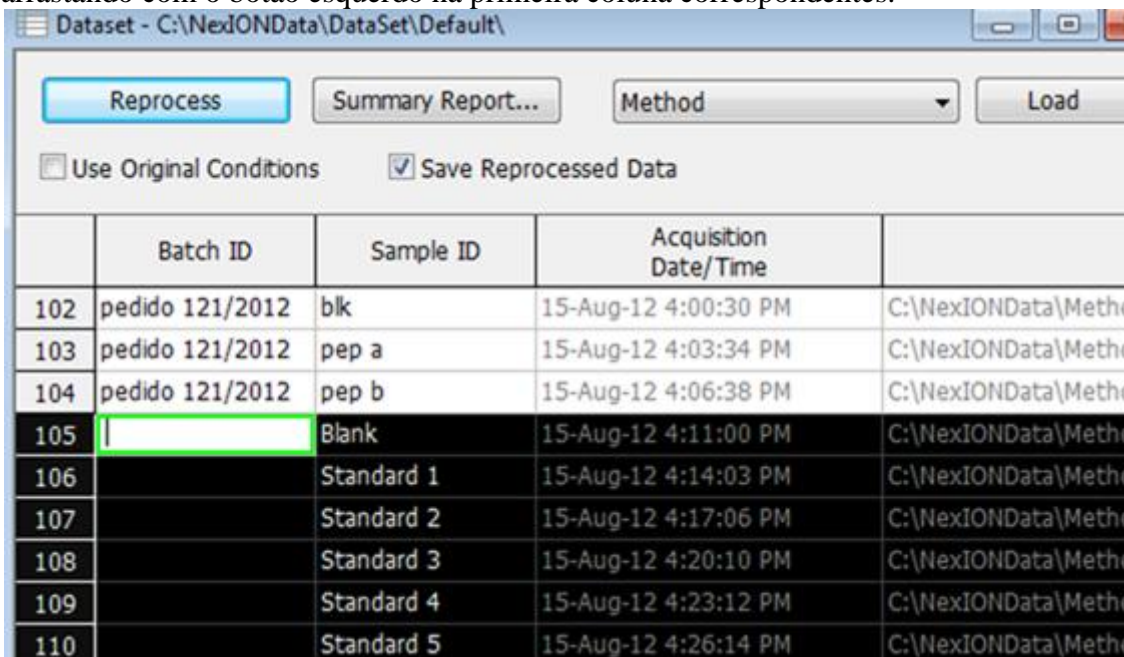
6.5.8 Clicar em DATASET.



6.5.9 Selecionar a opção SAVE REPROCESSED DATA.

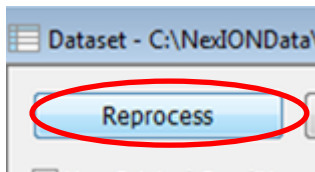


6.5.10 Selecionar as amostras ou padrões/branco a serem reprocessados, clicando e arrastando com o botão esquerdo na primeira coluna correspondentes.

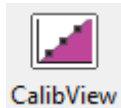




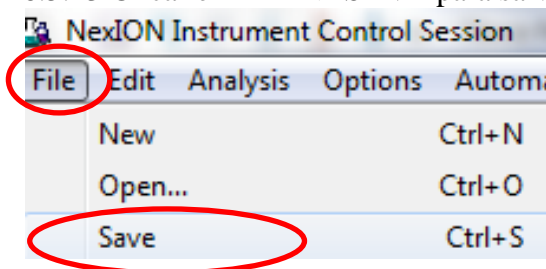
6.5.11 Clicar em REPROCESS.



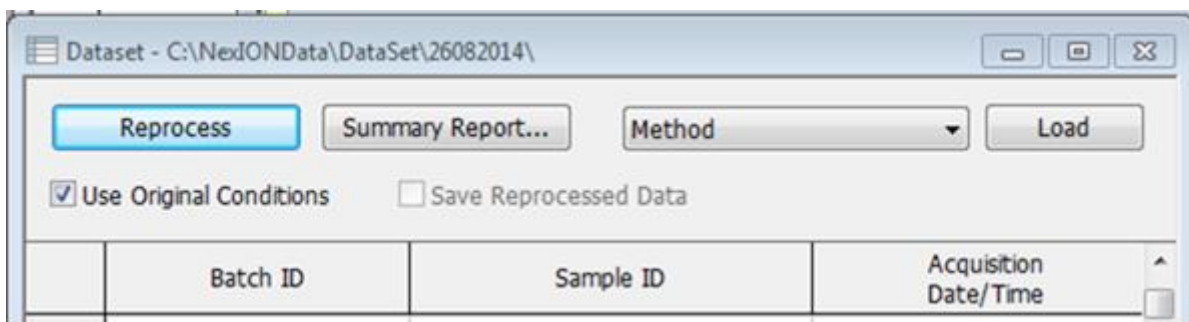
6.5.12 Para visualizar a nova curva de calibração, clicar em CALIBVIEW.



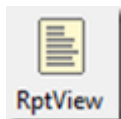
6.5.13 Clicar em FILE > SAVE para salvar a curva de calibração.



6.5.14 Maximizar a janela DATASET.



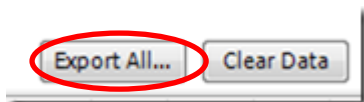
6.5.15 Clicar no ícone REPORT VIEW.



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)	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

6.5.17 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.