



**Utilização de microondas Milestone**

**PN - LAPOC – 7010 Revisão: 00**

**17/outubro/2013**

**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 - CUIDADOS DE SEGURANÇA
  - 6.2 - UTILIZAÇÃO DO EQUIPAMENTO
- 7 - QUADRO DE EDIÇÃO
- 8 - ANEXOS

## **1 - OBJETIVO**

Definir metodologia para preparação de amostras utilizando o microondas Milestone.

## **2 - CAMPO DE APLICAÇÃO**

Digestão de amostras no setor de Química Analítica.

## **3 - REFERÊNCIAS**

Manual do equipamento – Milestone Ethos Plus

## **4 - DEFINIÇÕES**

4.1 – Digestão por microondas: técnica de abertura de amostras para análise elemental que precede a análise via espectroscopia de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP-AES), espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) e espectroscopia atômica por chama (FAAS), forno de grafite (GFAAS) ou geração de hidreto (HGAAS). Através de um digestor por microondas, a amostra é exposta a ácidos fortes em um vaso fechado, com elevação de pressão e temperatura da mistura através de irradiação de microondas. Este aumento de temperatura e pressão associado ao baixo pH do meio acelera a decomposição térmica da amostra e aumenta a solubilidade dos elementos químicos em solução. Uma vez em solução aquosa, é possível a quantificação elemental através das técnicas espectroscópicas supracitadas.

## **5 – DOCUMENTOS COMPLEMENTARES**

Manual do equipamento – Milestone Ethos Plus

## **6 – ROTINAS**

### **6.1 - CUIDADOS DE SEGURANÇA**

6.1.1 O uso deste equipamento pressupõe riscos de segurança que não podem ser desprezados, em função do manuseio de ácidos fortes, a altas pressões e temperaturas. Recomenda-se o uso de óculos de segurança, avental, sapato de couro fechado e luvas de látex durante a execução deste procedimento

6.1.2 Inspeccionar antes de iniciar cada análise a camisa protetora dos vasos, verificando visualmente a existência de trincas ou rachaduras.

6.1.3 Todas as peças do digestor de devem estar rigorosamente secas externamente, sem a presença de nenhuma gota d'água que possa servir como ponto indevido de acumulação de microondas.

## 6.2 UTILIZAÇÃO DO EQUIPAMENTO

6.2.1 A Figura 2 apresenta os componentes do equipamento para familiarização.

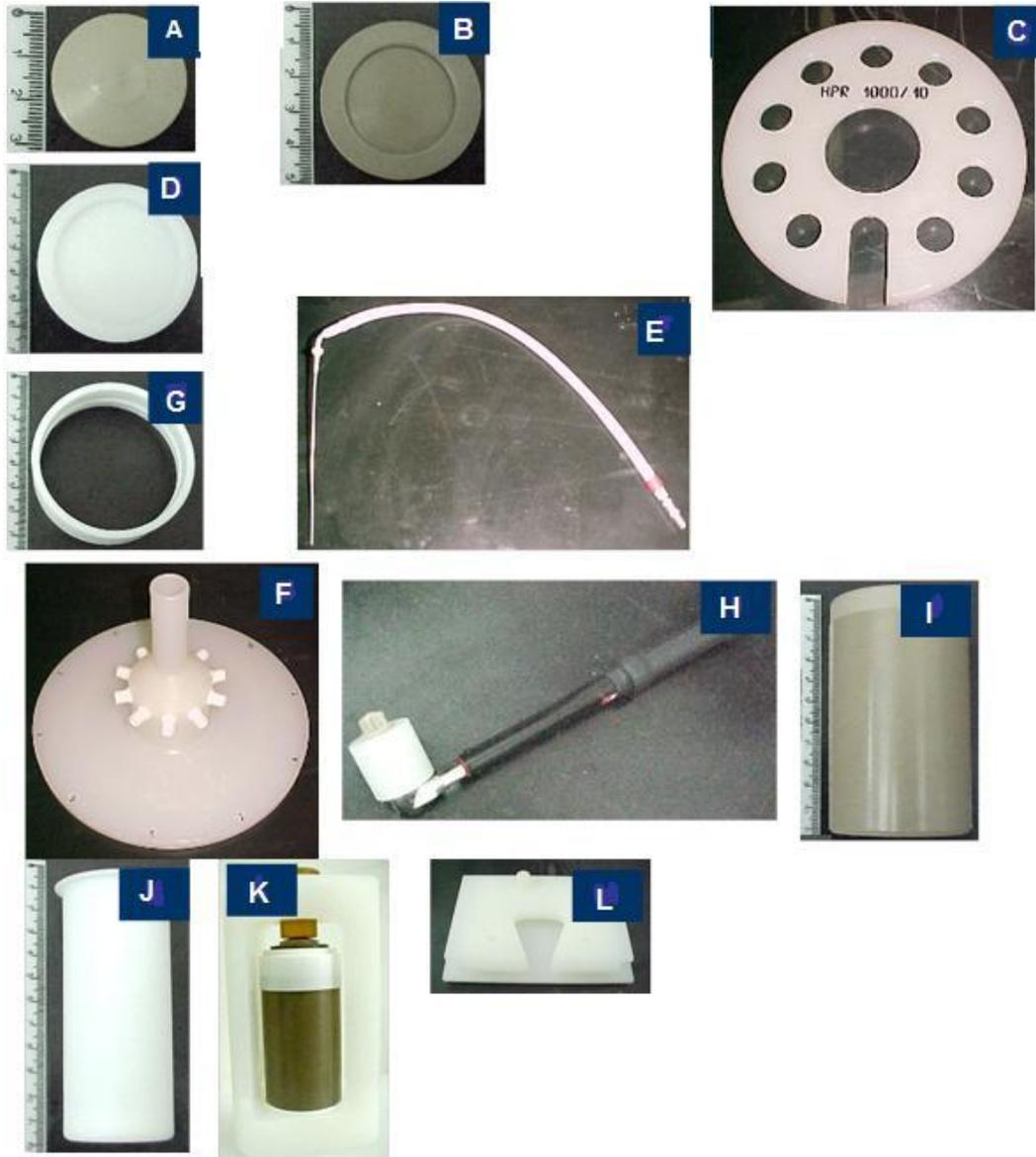


Figura 2. Componentes do Microondas Milestone.

- |                                   |                                 |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| A) Mola de segurança              | G) Anel indicativo de vazamento |
| B) Adaptador da mola de segurança | H) Torquímetro                  |
| C) Parte superior do carrossel    | I) Camisa de proteção           |
| D) Tampa                          | J) Frasco de digestão           |
| E) Termopar                       | K) Segmento                     |
| F) Rotor                          | L) Base de fixação              |

6.2.2 Pesar em balança analítica a massa desejada da amostra a ser digerida.

6.2.3 Transferir cuidadosamente toda a massa pesada para um frasco de digestão de teflon (figura 2 J), tomando cuidado para que nenhum pouco da amostra fique aderida na zona de contato do frasco com sua tampa (figura 2 D).  
NOTA 1: Utilizar somente completamente secos externamente.

6.2.4 Adicionar o ácido para digestão com pipeta graduada.

6.2.5 Colocar a tampa do frasco de teflon e acoplar à camisa de proteção (figura 2 I).

6.2.6 Sobre o frasco posicionar o prato adaptador (figura 2 B) e a mola de segurança (figura 2 A), encaixando também o anel indicativo de vazamentos (figura 2 G).

6.2.7 Colocar todo o conjunto dentro dos segmentos individuais (figura 2 K) e prendê-lo sob o parafuso utilizando o torquímetro (figura 2 H) e a base de fixação (Figura 2 L) até que se ouça o estalo característico.

NOTA 2: Limpar bem as superfícies de contato segmento-bomba pois devido à elevada pressão que se atinge no microondas, partículas serão prensadas na base ou no copo deteriorando o material.

NOTA 3: Certificar-se de que a base da bomba de teflon e da camisa de proteção estão perfeitamente encaixadas na base do respectivo segmento.

6.2.8 O vaso sensor deve ser encaixado a um segmento específico, denominado segmento sensor (figura 3).



Figura 3 - Encaixe do termopar no vaso de controle e segmento sensor.

6.2.9 Colocar o rotor no microondas e acoplar o termopar (Figura 2 E e Figura 3) ao vaso de controle;

NOTA 4: Colocar apenas os rotores com amostra dentro do microondas. Nunca adicionar rotores vazios.

NOTA 5: Introduzir firmemente o termopar no poço do vaso de controle. Verificar se o mesmo encontra-se bem fixado. Há riscos de acidente caso o termopar seja expulso da bomba de controle durante a digestão das amostras.

6.2.10 Verificar se todos os segmentos (figura 2 K) e a parte superior do carrossel (figura 2 C) estão perfeitamente encaixados, sem que haja folgas na montagem do conjunto.

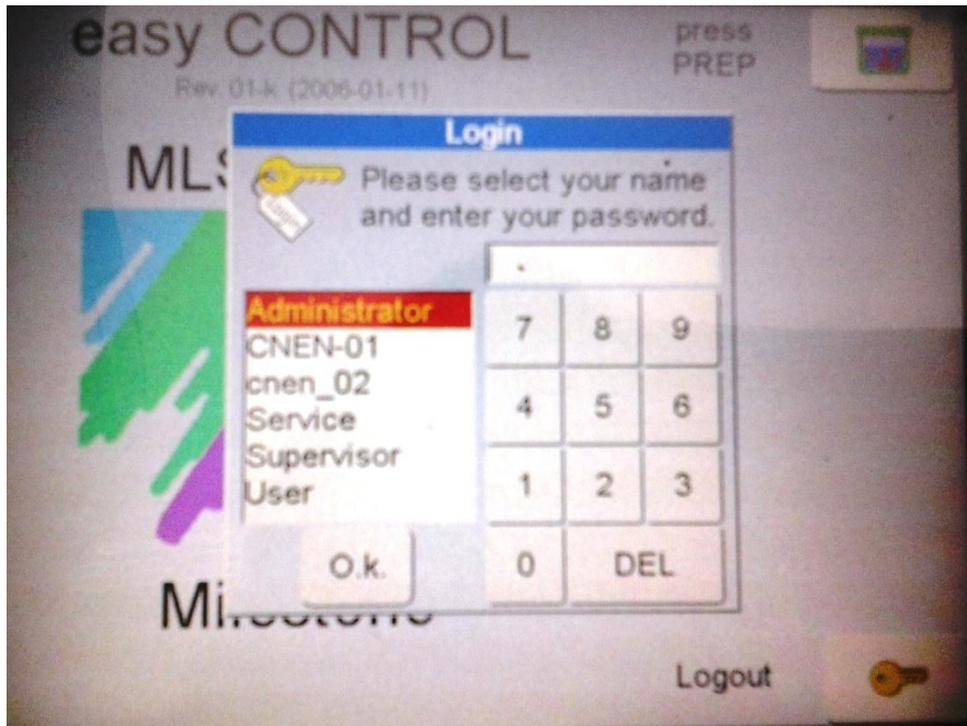
6.2.11 Ligar o digestor de microondas.



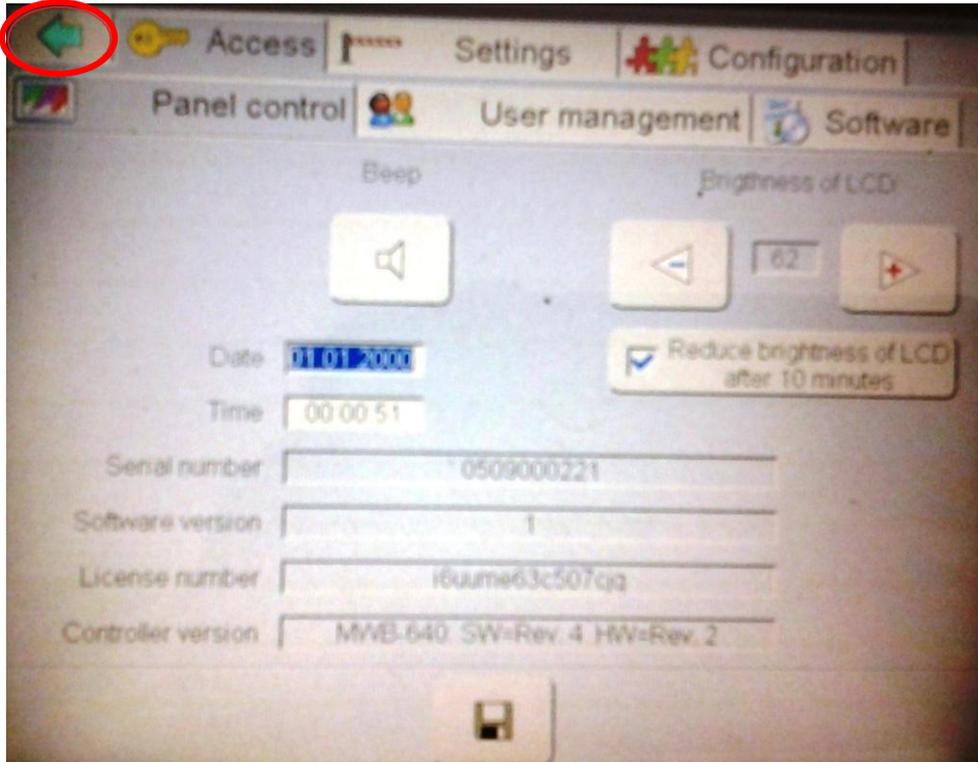
Liga/Desliga o equipamento

Figura 4 – Controles Externos do Equipamento

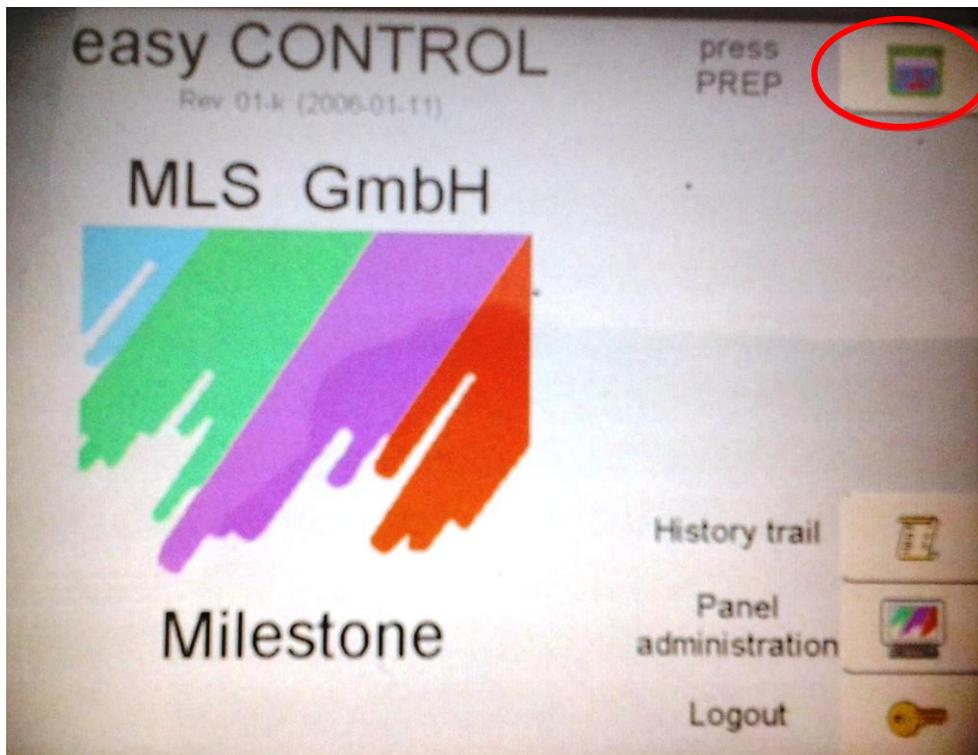
6.2.13 Efetuar login no sistema: Usuário = Administrator; Senha = 123456.



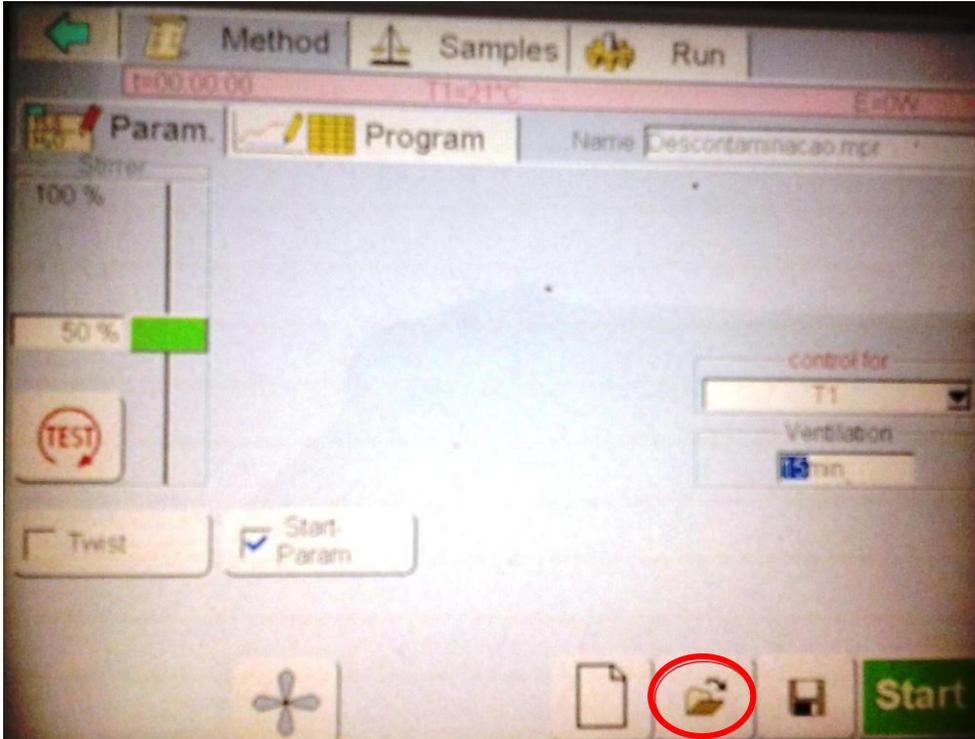
6.2.14 Clicar no ícone da SETA VERDE.



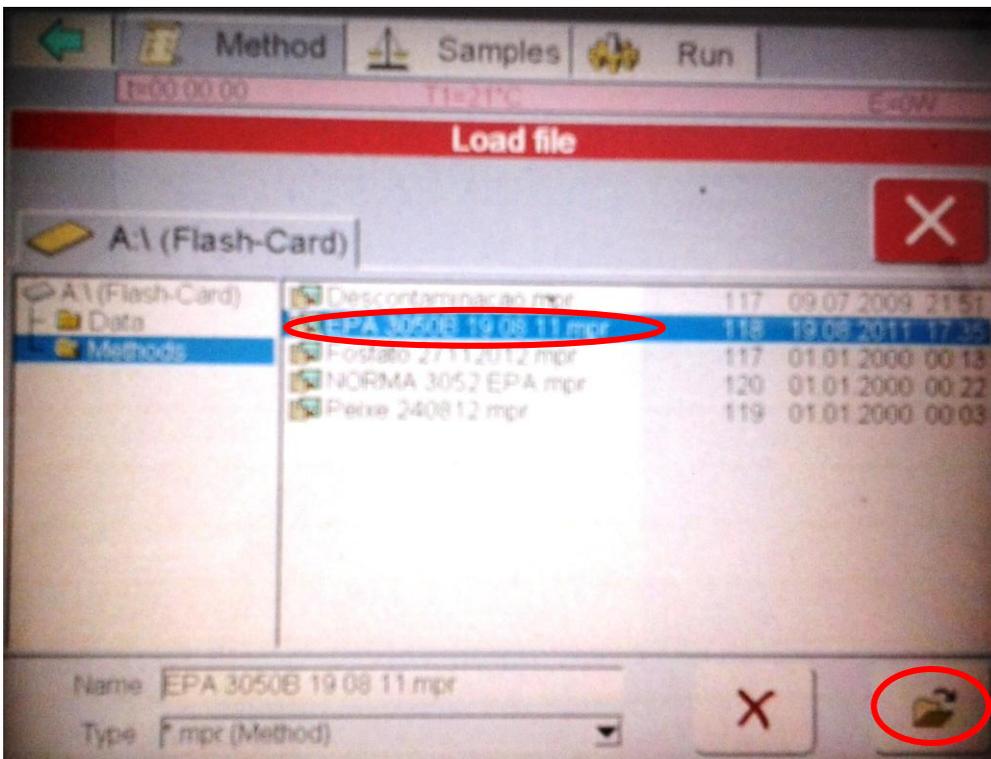
6.2.15 Clicar no ícone PRESS PEP circulado em vermelho.



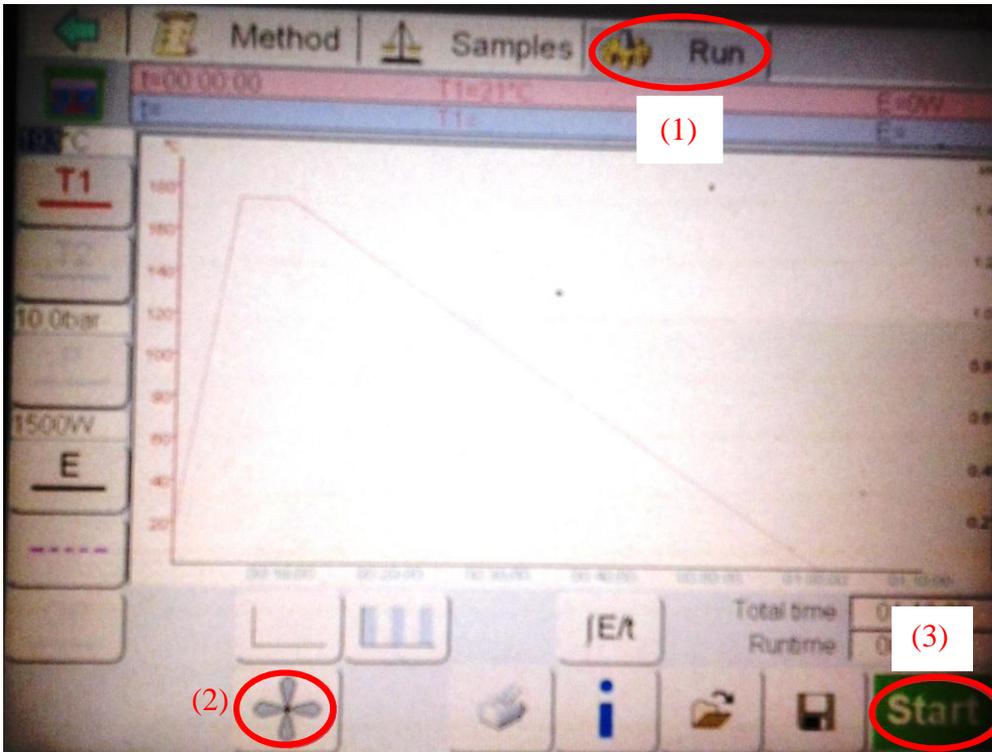
6.2.16 Clicar no ícone circulado de vermelho (pasta aberta) para selecionar o método de abertura de amostra.



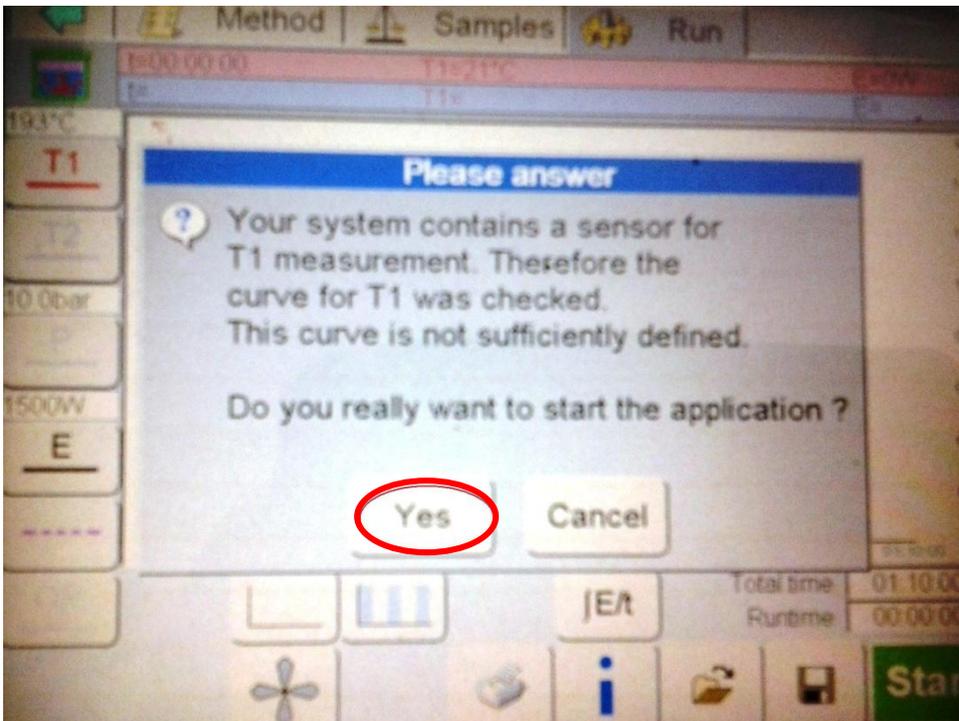
6.2.17 Selecionar o método de abertura e clicar para abrir.



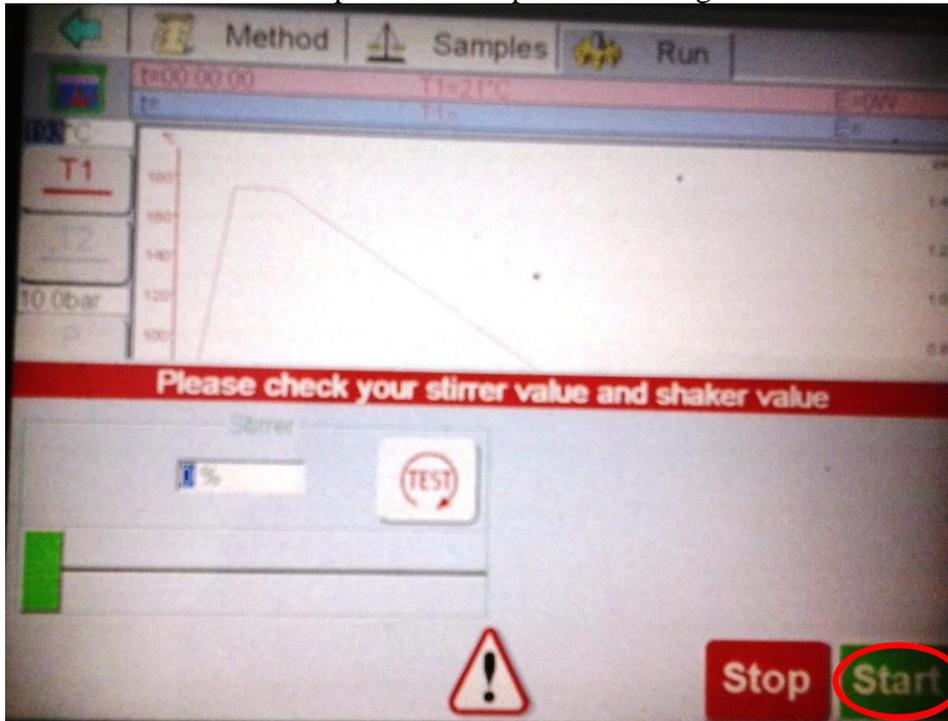
6.2.18 Clicar na aba RUN (1) para acompanhar a curva de aquecimento. A seguir, clicar no ícone com o ROTOR (2) para girar o rotor, de modo a permitir que todos os vasos sejam acondicionados no equipamento. Para iniciar o processo, clicar em START (3).



6.2.19 Em seguida, clicar em YES na mensagem que surge.



6.2.20 Clicar em START para iniciar o processo de digestão das amostras.



6.2.21 A curva de medição de temperatura deve seguir aproximadamente a curva programada. Caso isto não ocorra, parar a análise imediatamente (clicar no botão STOP).

6.2.22 Aguardar aproximadamente 40 minutos para resfriamento do conteúdo da bomba ao término da digestão (quando há interrupção de fornecimento de microondas às amostras).

6.2.23 Verificar se a temperatura atingiu 70 °C (indicação na tela de trabalho do software) e retirar os segmentos com o auxílio de luvas.

6.2.24 Verificar se os anéis indicadores de vazamentos (figura 2 H) estão na posição inicial. Caso algum dos vasos esteja com o anel deslocado, descartar o material e repetir a análise.

6.2.25 Com o auxílio do torquímetro (figura 2 I) e da base de fixação (figura 2 M), retirar as bombas de teflon do segmento (Figura 2 L).

6.2.26 Remover a mola (Figura 2 A), a tampa adaptadora (figura 2 E), o anel plástico e o frasco de teflon do interior da camisa protetora.

NOTA 6: Usar luvas descartáveis de Latex.

6.2.27 Transferir quantitativamente o conteúdo para recipientes volumétricos adequados ao ensaio a ser realizado.

**7 - QUADRO DE EDIÇÃO**

<b>REVISÃO</b>	<b>PÁGINA</b>	<b>DATA</b>	<b>ELABORAÇÃO</b>	<b>OBSERVAÇÕES</b>
-	Todas	17/10/2013	Rodrigo L. Bonifácio	

**13 - ANEXOS**

N/A

---

**FIM DE DOCUMENTO**

---