

Automatização do fluxo de trabalho para a análise de solo por meio do ICP-OES

Análise produtiva de matrizes com alto teor de sólidos totais dissolvidos usando o ICP-OES Agilent 5800 com sistema de diluição avançada



Autor

Daniel McCarthy
Agilent Technologies, Inc.

Introdução

Para gerenciar as grandes cargas de amostras que são típicas em muitos laboratórios de testes ambientais, os usuários da espectroscopia de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) precisam de instrumentos com tempos curtos de análise entre amostras e resultados consistentes e de alta qualidade. A Agilent desenvolveu o sistema de diluição avançada (ADS 2) para instrumentos ICP-OES (e ICP-MS) Agilent. O ADS 2 é um sistema de diluição automática inteligente, que inclui um sistema avançado de válvula (AVS). O sistema aumenta a produtividade dos fluxos de trabalho da ICP-OES, automatizando várias tarefas manuais da sequência analítica.¹

Tradicionalmente, a execução bem-sucedida de um método de ICP-OES depende de tarefas manuais executadas por um analista. Alguns exemplos destas ações são a preparo de padrões de calibração e diluição de amostras, que fazem parte do procedimento geral de preparo de amostras. Além disso, se as medições iniciais das amostras produzirem resultados acima da faixa de calibração e/ou faixa dinâmica linear, o analista precisaria diluir ainda mais as amostras. Em cada uma dessas etapas manuais, podem ocorrer erros do usuário ou contaminação por reagentes, comprometendo potencialmente a qualidade dos resultados.

A inclusão de uma válvula de microamostragem no sistema de introdução de amostra da ICP-OES pode aumentar significativamente a produtividade das amostras. A inclusão adicional de um acessório de diluição automática pode ajudar a eliminar os erros do usuário associados às diluições manuais. No entanto, muitos acessórios de diluição automática operam de uma forma que parcialmente cancela os benefícios que uma válvula de microamostragem tem na frequência analítica, afetando o rendimento da amostra quando as diluições não estão sendo realizadas. Porém, com o sistema de diluição automática ADS 2, os usuários podem aproveitar todos os benefícios da automatização de ações que requerem trabalho intensivo e são sujeitas a erros no processo de preparo de padrões de calibração e diluição de amostras. É possível ter todos esses benefícios sem comprometer os benefícios da produtividade das amostras que o uso da válvula de microamostragem AVS 7 traz. Quando as diluições não são necessárias, o acessório tem impacto mínimo no tempo de medição entre as amostras.

Neste estudo, um ICP-OES Agilent 5800 de dupla visualização vertical (VDV) equipado com uma válvula de microamostragem AVS 7 e um sistema de diluição automática ADS 2 (Figura 1) foi usado para analisar amostras de solo de acordo com o método padrão EPA 6010D.² Como o conteúdo das amostras de solo é altamente variável, o método exige a utilização de uma grande variedade de padrões de calibração. Graças à capacidade do ADS 2 de criar calibrações lineares e diluir reativamente as amostras acima da faixa, o ICP-OES 5800 com AVS 7 conseguiu obter os dados de alta qualidade e alcançou os tempos adequados entre amostras para aplicações de alta produtividade.

As amostras de solo foram preparadas por digestão de ácido nítrico (HNO₃) assistida por micro-ondas, conforme o método EPA 3051A.³ Os 32 elementos relatados neste estudo incluem prata, alumínio, arsênio, boro, bário, berílio, cálcio, cádmio, cério, cobalto, cromo, cobre, ferro, mercúrio, potássio, lítio, magnésio, manganês, molibdênio, sódio, níquel, fósforo, chumbo, antimônio, selênio, estanho, estrôncio, titânio, tálio, vanádio, zinco e zircônio.

Parte Experimental

Instrumentação ICP-OES

Todas as medições foram realizadas utilizando o sistema ICP-OES VDV 5800 operado com o software Agilent ICP Expert Pro. A tocha vertical do ICP-OES 5800 garante medições robustas de uma variedade de amostras durante longos períodos, incluindo amostras de solo altamente variáveis que podem ser processadas usando o método EPA 6010D. Além disso, o sofisticado detector VistaChip III do instrumento proporciona a cobertura de comprimento de onda contínua e de alta velocidade, permitindo ao analista escolher vários comprimentos de onda para cada elemento, sem adicionar um atraso de tempo à análise.



Figura 1. ICP-OES VDV Agilent 5800 com válvula de microamostragem AVS integrada (à esquerda), Agilent ADS 2 (no meio) e amostrador automático Agilent SPS 4 (à direita).

Sistema de preparo de amostras e diluição automática

Para proporcionar a diluição automática, a análise rápida de amostras e a alta produtividade das amostras, o ICP-OES VDV 5800 foi equipado com o ADS 2 e um amostrador automático Agilent SPS 4 (Figura 1).

O ADS 2 é um sistema de diluição automática com seringa dupla e três válvulas localizado próximo ao instrumento e totalmente controlado pelo software ICP Expert Pro*. Ao realizar uma diluição automática, as seringas administram rapidamente o diluente e a amostra em um loop na proporção precisa para atingir fatores de diluição entre 2 e 400. Quando a diluição automática não é realizada, uma válvula de microamostragem permite que a amostra contorne quase totalmente o sistema ADS 2. Com esse design, os benefícios da captação rápida de amostras e da alta produtividade das amostras são mantidos quando as amostras não precisam de diluição.

O ICP-OES 5800 foi equipado com uma câmara de nebulização ciclônica de vidro de duplo passo, uma tocha VDV desmontável de fácil conexão com injetor de 1,8 mm e um nebulizador SeaSpray. As condições de operação do instrumento constam nas Tabelas 1 a 3.

*ADS 2 é compatível com o ICP Expert, versão 7.7 ou superior

Tabela 1. Parâmetros do método e instrumento ICP-OES VDV Agilent 5800.

Parâmetro	Configuração	
	Axial	Radial
Modo de visualização		
Tempo de leitura (s)	10	10
Replicatas	3	3
Atraso na captação de amostra (s)	0	
Tempo de estabilização (s)	10	0
Tempo de enxágue (s)	0	
Velocidade da bomba (rpm)	12	
Potência de RF (kW)	1,2	
Fluxo Aux. (L/min)	1	
Fluxo do plasma (L/min)	12	
Fluxo do nebulizador (L/min)	0,7	
Altura de visualização (mm)	NA	8
Tubulação da bomba da amostra	Branca-branca	
Tubulação da bomba padrão interno	Preta-preta	
Tubulação da bomba da resíduos	Azul-azul	
Correção de background	Fora de pico à esquerda/direita*	

*A correção de background fora de pico e a correção interelementos (IEC) são normalmente usadas por analistas que executam o método US EPA 6010D.

Tabela 2. Parâmetros do sistema de válvula seletora Agilent AVS 7.

Parâmetro	Configuração
Tamanho do loop de amostra (mL)	1,5
Taxa de bomba - captação (mL/min)	40
Taxa de bomba - Injeção (mL/min)	7
Atraso na captação da válvula (s)	11
Tempo de injeção de bolhas (s)	1,4
Tempo de enxágue preventivo (s)	2

Tabela 3. Parâmetros do sistema de diluição automática Agilent ADS 2.

Parâmetro	Configuração
Tamanho do loop de diluição (mL)	1,5
Volume da seringa com solução transportadora (mL)	5
Volume da seringa com diluente (mL)	10

Preparo de amostras e padrão

Padrões de calibração

As soluções estoque de padrões de calibração e os padrões de correção de interferência foram preparados a partir de várias soluções estoque monoelementares adquiridas da High-Purity Standards (Charleston, SC, EUA)*. Quatro soluções estoque de alta concentração compostas de diferentes combinações dos padrões monoelementares foram preparadas em HNO₃ a 10%.

Em seguida, múltiplas diluições das soluções estoque de padrão de calibração foram preparadas automaticamente em linha e introduzidas em ICP-OES 5800 por meio do sistema ADS 2. Os padrões de calibração foram analisados em fatores de diluição de 100, 10 e 1 (não diluído). Se a faixa de calibração precisar cobrir mais ordens de magnitude, o sistema ADS 2 permite o uso de vários padrões de estoque separados que contêm elementos em diferentes concentrações.

Materiais de referência e amostras

A precisão do método foi avaliada através da análise de três materiais de referência do padrão de NIST (SRM): 2709a San Joaquin Soil, 2710a Montana Soil I e 2711a Montana Soil II. Uma solução de padrão interno (IS), contendo 5 ppm de ítrio (Y), 5 ppm de lutécio (Lu), 5 ppm de irídio (Ir) e 100 ppm de rubídio (Rb) em HNO₃ a 10% foi automaticamente adicionada em linha a todas as soluções pelo AVS 7.

Preparo de amostras

As amostras de SRM do solo foram preparadas para análise de acordo com as orientações da EPA 3051A. Cerca de 0,75 g de cada amostra foram pesados com precisão e transferidos para um vaso limpo de quartzo para micro-ondas. As amostras foram pré-digeridas em 6 mL de água deionizada (DI) de 18 MΩ (Millipore) e 6 mL de HNO₃ (Merck) por aproximadamente 15 minutos. O vaso foi então tampado e colocado em um sistema de digestão por micro-ondas CEM Blade (CEM Corporation, NC, EUA) para digestão usando o programa fornecido na Tabela 4. Depois de esfriadas, as soluções foram completadas até 50 mL com água deionizada. As amostras foram completamente misturadas usando um agitador vortex e centrifugadas a 3.000 rpm por 10 minutos.

Tabela 4. Parâmetros do método de micro-ondas.

Parâmetro	Configuração
Temperatura (°C)	115
Pressão (psi)	700
Rampa (min)	5
Espera (min)	10

Diluição prescritiva

O sistema de diluição automática ADS 2 pode ser usado para realizar diluição prescritiva adicional da amostra. O analista especifica um fator de diluição no software ICP Expert e o ADS 2 realizará a diluição automaticamente, como parte da execução da planilha. A diluição automática prescritiva é uma ferramenta útil para laboratórios que, tradicionalmente, diluem manualmente algumas ou de todas as amostras antes da medição. Essa pré-diluição é normalmente realizada para amostras que precisam de uma etapa de diluição adicional, após o preparo inicial, amostras com elementos conhecidamente acima da faixa (especialmente com elementos difíceis de enxaguar, como o boro) ou matrizes com alto teor de sólidos totais dissolvidos. A diluição automática prescritiva também pode ser usada para preparar soluções de controle de qualidade (QC), como verificação de calibração inicial e contínua (ICV, CCV), e soluções de QC de baixo nível (LL) com um fator de diluição conhecido a partir de uma solução estoque pré-fabricada. A automatização do preparo de soluções de QC elimina outra fonte de erro potencial e possibilita realizar análises de dados com a certeza de que as soluções foram preparadas corretamente. O ADS 2 foi usado para preparar as soluções de QC neste estudo.

Diluição automática reativa e resumos de resultados

O sistema ADS 2 realiza diluição automatizada de todas as amostras que excedam os parâmetros de QC. Se uma amostra exceder os limites de concentração definidos pelo usuário, o software ICP Expert calculará o fator de diluição apropriado necessário para que os analitos que estão fora da faixa de calibração fiquem dentro dela. Após a diluição automática, a amostra relevante é reanalisada.

Os usuários do ADS 2 têm um alto grau de controle e podem decidir quais resultados acionam uma diluição automática reativa. Os usuários podem facilmente ativar ou desativar a diluição automática reativa para seus métodos, usando como base o comprimento de onda, e podem aplicar essas configurações a todas as amostras de sua planilha. Também é possível definir com precisão quais comprimentos de onda devem acionar uma diluição automática para diferentes lotes de amostras dentro de uma planilha ou por amostra. Com essa opção, é possível obter uma economia significativa de tempo em situações em que talvez não seja necessário obter resultados dentro da faixa para todos os analitos em todas as amostras.

Além disso, os usuários têm certo grau de controle sobre quais fatores de diluição serão gerados pelo software quando a faixa de calibração for ultrapassada. Com o software ICP Expert, os usuários podem optar em usar a diluição reativa para reduzir as concentrações acima da faixa até o limite médio ou inferior da faixa de calibração do analito. Com essa opção, as diluições trazem resultados de maior precisão, medindo a concentração diluída em um ponto no qual a calibração é reconhecidamente linear.

Quando vários conjuntos de resultados são obtidos para uma amostra por meio de reanálise de várias diluições, o software ICP Expert pode produzir um único resultado “resumido” ao usuário. O resultado resumido consiste apenas nos resultados do analito de cada diluição que são aceitáveis (de acordo com os parâmetros de QC definidos pelo usuário). O analista não precisa interagir com o processo de diluição ou criação do resumo dos resultados, o que resulta em economia significativa de mão de obra e melhora as taxas de aceitação dos resultados da amostra.

Resultados e análise

Limites de detecção de método e instrumentos

Os limites de detecção do instrumento (IDL) foram determinados usando as condições de operação do ICP-OES VDV 5800 especificadas na Tabela 1. Depois de determinar os IDL, foi preparada uma solução fortificada com uma concentração de 300 a 500 vezes o IDL em HNO₃ a 10% (a mesma matriz usada para as soluções de calibração). Em seguida, essa solução foi diluída para medição para três a cinco vezes o IDL utilizando o sistema de diluição automática ADS 2. Para determinar o limite de detecção do método (MDL), a solução foi analisada 10 vezes ao longo de três dias. O MDL foi calculado como três sigma da medição fortificada (Tabela 5).

Tabela 5. Os MDL em solução e na amostra com base em 0,75 g de amostra em 50 mL.

Elemento	Comprimento de onda (nm)	MDL em solução (mg/L)	MDL em amostra (mg/kg)	Elemento	Comprimento de onda (nm)	MDL em solução (mg/L)	MDL em amostra (mg/kg)
Ag	328,068	0,0004	0,0225	Mn	257,610	0,0001	0,0072
Al	237,312	0,0214	1,37	Mo	204,598	0,0011	0,0692
As	188,980	0,0039	0,252	Na	589,592	0,0071	0,454
B	249,678	0,0003	0,0158	Ni	231,604	0,0005	0,034
Ba	233,527	0,0002	0,0117	P	213,618	0,0004	0,0264
Be	313,107	2E-05	0,0013	Pb	220,353	0,0028	0,175
Ca	317,933	0,0036	0,231	Sb	217,582	0,0063	0,399
Cd	214,439	0,0001	0,0068	Se	196,026	0,0038	0,244
Ce	418,659	0,001	0,0653	Si	251,611	0,0013	0,0817
Co	230,786	0,0006	0,0348	Sn	189,925	0,0038	0,239
Cr	205,56	0,0003	0,0181	Sr	421,552	0,0001	0,0044
Cu	327,395	0,0004	0,0239	Ti	334,941	0,0001	0,0053
Fe	238,204	0,0008	0,0487	Tl	190,794	0,0046	0,29
Hg	184,887	0,001	0,0644	V	292,401	0,0008	0,0527
K	766,491	0,0903	5,75	Zn	206,2	0,0005	0,0331
Li	670,783	0,0012	0,0779	Zr	327,307	0,0002	0,0127
Mg	285,213	0,0005	0,0295				

Calibração automática e linearidade

A Figura 2 mostra curvas de calibração representativas para um elemento principal (Al) e um elemento-traço (As). Todas as calibrações mantiveram um coeficiente de correlação mínimo $\geq 0,9998$. Cada calibração para todos os elementos foi criada pelo ADS 2 que realizou a diluição automática de padrões estoque único com fatores de diluição de 100x, 10x e 1x. A inclusão de um branco proporcionou uma calibração de quatro pontos para cada elemento em uma ampla faixa de concentração.

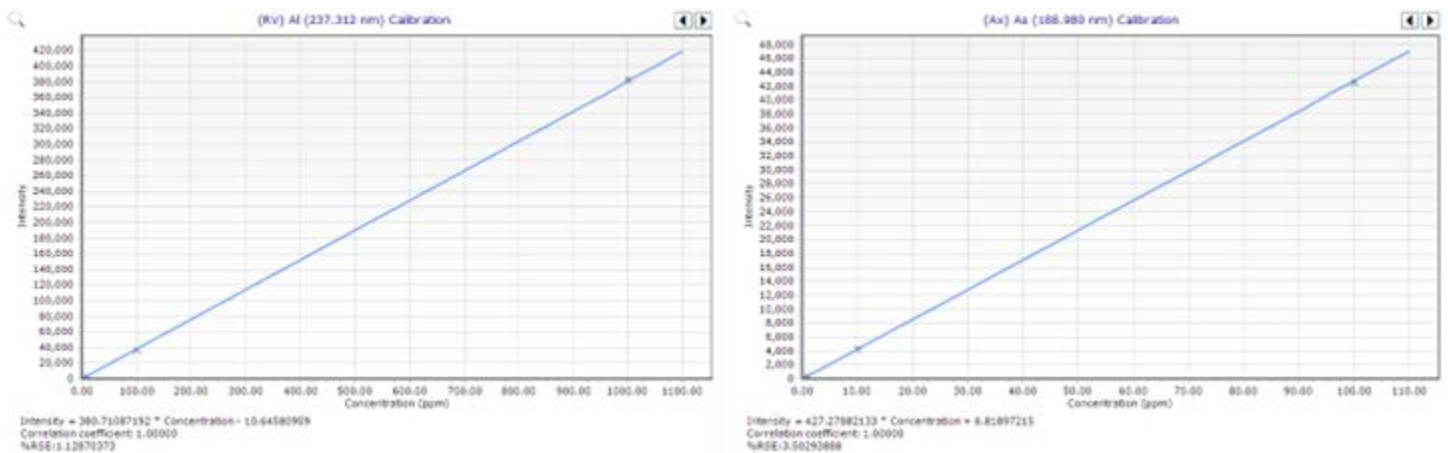


Figura 2. As curvas de calibração representativas para Al e As contendo os padrões de branco, 1, 10 e 100 ppm. Os pontos de calibração foram gerados por meio de diluição dos padrões estoque monoelementares usando o sistema de diluição automática Agilent ADS 2.

Testes de recuperação de SRM e matriz fortificada (MS)

A Tabela 6 resume os resultados da análise dos três SRM usando ICP-OES VDV 5800 com o ADS 2. Todos os elementos foram medidos dentro da faixa esperada seguindo o procedimento de extração por micro-ondas de HNO₃ EPA 3051A. Os solos geralmente contêm elementos em uma ampla faixa de concentração, com metais como Al, Ca, Fe, K, Mg e Na frequentemente presentes em níveis elevados.

Consequentemente, foi necessária uma diluição da amostra dos SRM para garantir que os resultados dentro da faixa pudessem ser relatados para todos os analitos. Essas diluições foram feitas automaticamente, usando a capacidade de diluição reativa do ADS 2, enquanto o software ICP Expert foi usado para reunir automaticamente um único resumo dos resultados para cada amostra.

Tabela 6. Resultados para três SRM de solo medidos usando o ICP-OES VDV Agilent 5800 com o ADS 2. Todas as unidades: mg/kg.

Elemento	Diluição usada	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Limite inferior	Limite superior	Medida	Limite inferior	Limite superior	Medida	Limite inferior	Limite superior	Medida
Al	10	13.000	17.000	16.262	8.200	12.000	9.441	9.800	15.000	14.075
Ca	10	12.000	14.000	13.748	1.700	2.000	1.855	14.000	17.000	16.028
Fe	10	22.000	26.000	25.923	30.000	36.000	34.262	14.000	18.000	15.464
K	10	2.600	4.000	3.023	3.800	4.700	4.189	3.300	4.600	4.174
Mg	10	9.700	11.000	10.932	3.200	3.600	3.427	5.000	6.600	6.292
Na	10	460	610	527	550	650	582	140	210	145
Ag	1	0,14	4,1	0,6	31	39	3,8	4	6,1	5,5
As	1	6,4	10,0	10,0	1.300	1.600	1.577	81	110	102
B	1			30,0			3,5			7,2
Ba	1	350	400	384	490	540	515	170	220	185
Be	1	0,5	0,72	0,7	0,24	0,51	0,5	0,73	1,10	1,05
Cd	1	0,33	0,66	0,33	9,6	12	12,0	43	56	53
Ce	1			30,1			23,1			42,1
Co	1	8,2	13	10,2	2,8	5,2	3,0	5,5	9	7,0
Cr	1	46	67	55,7	9,2	11	9,2	12	18	13,8
Cu	1	24	28	28	3.100	3.500	3.242	120	160	130
Hg	1	0,79	0,92	0,8	9,3	12	9,9	6,3	8,3	7,7
Li	1			28,2			9,3			11,3
Mn	1	380	450	450	1.500	1.800	1.578	450	580	504
Mo	1			1,1			7,5			1,1
Ni	1	59	71	70,5	4,8	6	5,1	13	18	15,0
P	1			567			915			715
Pb	1	8,1	11	10,0	4.700	5.800	5.259	1.100	1.400	1.294
Sb	1	1,2	1,5	1,2	5	12	6,2	2,8	7,2	3,1
Se	1	0,69	1,9	0,8	1,5	2,6	2,1	1,4	1,9	1,8
Sn	1			0,8			7,6			2,6
Sr	1			98,8			53,9			36,7
Ti	1			147			622			174
Tl	1	0,74	1,6	0,8	1,3	3,6	3,2	0,71	3,1	2,8
V	1	43	71	53,5	35	43	36,2	24	34	27,5
Zn	1	69	87	84,9	3.300	4.400	3.882	310	380	361
Zr	1			5,6			8,1			8,1

Os resultados apresentados na Tabela 6 foram obtidos sem a adição de HCl, que é frequentemente adicionado às amostras para garantir a estabilidade de níveis residuais de elementos como Ag, Sb e Hg em solução. As recuperações obtidas estavam dentro da faixa esperada para Ag em dois dos SRM e para Sb e Hg em todos os três SRM. Para determinar a precisão da medição de todos os elementos-traço sem a adição de HCl, 0,4 mL de uma solução fortificada foram adicionados a 10 mL de cada digestão de SRM, o que resultou na adição mostrada na coluna "Concentração fortificada" na Tabela 7. Os resultados de recuperação de fortificação para todos os elementos, incluindo Ag, Sb e Hg, estavam dentro dos critérios de aceitação de $\pm 25\%$ especificados na EPA 6010D. Os valores medidos e esperados para as amostras fortificadas são apresentados em mg/L em solução.

Tabela 7. Resultados de recuperação de fortificação para elementos-traço adicionados às digestões de SRM do solo. Todas as unidades: mg/L.

Elemento	Concentração fortificada	SRM 2709a			SRM 2710a			SRM 2711a		
		Medida	Esperada	% de recuperação	Medida	Esperada	% de recuperação	Medida	Esperada	% de recuperação
Ag	0,96	1,04	0,97	107	1,05	1,02	103	1,11	1,04	107
As	0,96	1,09	1,11	99	23,58	23,76	81	2,45	2,43	102
B	0,10	0,53	0,53	103	0,14	0,15	98	0,21	0,20	106
Be	0,10	0,11	0,11	102	0,10	0,10	99	0,11	0,11	103
Cd	0,10	0,10	0,10	98	0,27	0,27	98	0,87	0,86	116
Ce	0,96	1,39	1,39	99	1,27	1,29	98	1,57	1,57	100
Co	0,10	0,23	0,24	92	0,13	0,14	93	0,19	0,20	97
Cr	0,96	1,76	1,76	100	1,08	1,09	98	1,18	1,16	102
Cu	0,96	1,33	1,36	97	47,69	47,85	84	2,85	2,83	101
Hg	0,10	0,11	0,11	103	0,23	0,24	96	0,21	0,21	106
Li	0,96	1,37	1,37	100	1,07	1,10	97	1,15	1,13	102
Mo	0,10	0,11	0,11	102	0,20	0,20	100	0,12	0,11	104
Ni	0,10	1,10	1,11	93	0,17	0,17	96	0,31	0,31	101
P	0,96	9,06	9,13	93	14,10	14,20	90	11,39	11,30	110
Sb	0,10	0,11	0,11	97	0,20	0,19	109	0,14	0,14	101
Se	0,10	0,11	0,11	98	0,11	0,13	84	0,14	0,12	118
Sn	0,10	0,11	0,11	99	0,20	0,21	96	0,14	0,13	102
Ti	0,96	3,19	3,09	111	10,07	9,96	111	3,59	3,47	112
Tl	0,10	0,10	0,11	96	0,14	0,14	94	0,13	0,14	89
V	0,96	1,76	1,73	103	1,49	1,48	101	1,41	1,36	106
Zr	0,10	0,17	0,18	96	0,21	0,21	93	0,21	0,21	99
Sr	0,10	1,52	1,52	99	0,87	0,88	96	0,64	0,63	118

Estabilidade a longo prazo

A Figura 3 mostra o nível de precisão de diluição que pode ser alcançado usando o ADS 2 para preparar soluções de QC. Para determinar a estabilidade do ICP-OES VDV 5800 e a consistência das diluições automáticas repetidas realizadas pelo ADS 2 ao longo do tempo, 258 soluções foram analisadas no período de sete horas. As soluções eram compostas de uma amostra de solo digerida e solução da CCV, que foi criada por meio de diluição de 10x a partir de um estoque para cada medição utilizando o sistema de diluição automática ADS 2. A CCV foi medida depois de cada 10 amostras. Para mostrar a estabilidade do ICP-OES 5800 e a consistência da diluição do ADS 2 ao longo de uma corrida prolongada, a recuperação da solução da CCV foi representada graficamente em função do tempo. Todos os resultados da CCV ficaram dentro de $\pm 10\%$ dos valores esperados e o DPR foi $< 2\%$ para todos os elementos.

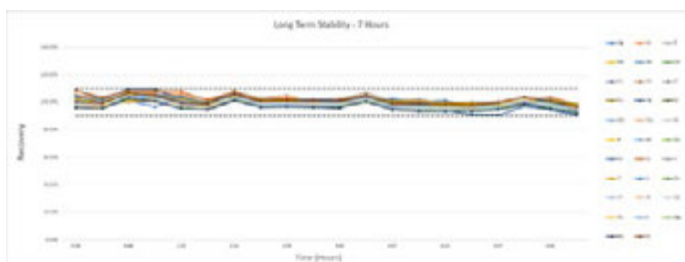


Figura 3. Teste de estabilidade a longo prazo mostrando recuperação da solução da CCV analisada ao longo de sete horas. As linhas pontilhadas mostram os limites de controle de $\pm 10\%$.

Produtividade das amostras

A Tabela 8 apresenta os tempos entre amostras que este método alcançou com vários fatores de diluição usando o ADS 2. Os tempos foram obtidos calculando a média dos tempos entre amostras em 10 medições duplicadas de amostras em cada fator de diluição. Todos os tempos incluem os 60 s do tempo total de medição, conforme descrito na Tabela 1.

Tabela 8. Tempos entre amostras alcançados usando o ADS 2 com diferentes fatores de diluição.

Fator de diluição	Tempo de amostra total
1 (sem diluição)	1 min 30 s
10	1 min 56 s
100	1 min 58 s
200	2 min 1 s

O tempo entre amostras não diluídas alcançado nesta aplicação é apenas dois segundos maior que o tempo alcançado em um estudo anterior sobre a análise de amostras de resíduos por ICP-OES 5800 com AVS 7 conforme o método US EPA 6010D.⁴ Nenhum sistema de diluição automática foi usado no estudo anterior. Os tempos destacam o impacto mínimo que o ADS 2 tem na produtividade das amostras quando a diluição da amostra não é necessária.

Conclusão

O ICP-OES VDV Agilent 5800 é o instrumento ideal para laboratórios que querem obter excelente precisão de resultados e alta produtividade das amostras e atender aos requisitos da metodologia US EPA 6010D. A integração do sistema de diluição automática Agilent ADS 2 com a válvula de microamostragem ICP-OES 5800 e AVS 7 aumenta a eficiência do fluxo de trabalho, especialmente no caso de análise de amostras complexas, como solo. Entre os benefícios que o sistema de automação de fluxo de trabalho Agilent ICP-OES traz à análise de amostras ambientais são:

- A calibração automática que resulta na criação automatizada de calibrações multiníveis a partir de soluções estoque únicas iniciais. Diluições de até 400 vezes que se tornam possíveis com o uso do ADS 2, possibilitando calibrações automáticas em uma ampla faixa de concentração. O sistema também gera diluições com repetibilidade excepcional durante longos períodos, resultando em calibração consistente no dia a dia.
- Diluição automática prescritiva possibilita ao analista especificar um fator de diluição para a pré-medição de amostra e, em seguida, o ADS 2 faz essa diluição automaticamente, como parte da execução da planilha. Quando comparada com diluições manuais tradicionais realizadas em muitos laboratórios, a diluição automática prescritiva possibilita economizar consideravelmente o tempo e reduz os riscos de erro humano e de contaminação.
- Com a diluição automática reativa, o ADS 2 dilui automaticamente as amostras se um analito ou resultado do padrão interno estiver fora das faixas aceitáveis definidas pelo usuário. Esta função de diluição automática inteligente reduz significativamente a necessidade de reanalisar as amostras no final de uma corrida, melhorando os tempos de espera e reduzindo o custo por amostra em geral.
- O recurso de resumo de resultados oferecido pelo software Agilent ICP Expert economiza mais tempo pois ele agrupa automaticamente os resultados de diversas diluições de uma amostra em uma linha única na página de análise que é fácil de interpretar.

O ICP-OES 5800 com ADS 2 forneceu os MDL abaixo de 1 mg/kg para a maioria dos elementos da amostra, destacando a sensibilidade do método para análise multielementar de solos. As recuperações de elementos no SRM do solo estavam dentro da faixa esperada e confirmaram que o método é adequado para o preparo de amostras. Analitos-traço adicionados aos SRM do solo foram recuperados dentro de $\pm 20\%$, demonstrando a precisão do método. O ICP-OES VDV 5800 apresentou excelente estabilidade e robustez ao longo de sete horas, com as recuperações da medição de QC entre $\pm 10\%$ e os %DPR médios abaixo de 2%.

Referências

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, [5994-7211EN](#)
2. EPA Method 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, Revision 5, July 2018, acesso em janeiro de 2024, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry>
3. EPA Method 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, Revision 1, February 2007, acesso em janeiro de 2024, <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/3051a.pdf>
4. Riles, P., Analysis of Waste Samples According to US EPA Method 6010D, Agilent publication, [5994-2027EN](#)

Observação: Um guia de consumíveis para análise de amostras de resíduos usando ICP-OES está [disponível](#).

Part numbers Agilent

Descrição	Part Number
Tocha semidesmontável de 1,8 mm de fácil conexão para ICP-OES VDV/SVDV da série 5000	G8010-60236
Câmara de nebulização de passagem dupla, design ciclônico de vidro com soquete de junta esférica e a saída de dreno UniFit, para ICP-OES da série Agilent 5000	G8010-60256
Nebulizador concêntrico de vidro SeaSpray para ICP-OES da Série 5000	G8010-60255
Tubulação da bomba peristáltica, branco/branco, 12/pcte	3710034400
Tubulação da bomba peristáltica, preto/preto, 12/pcte	3710027200

Tubulação da bomba peristáltica, azul/azul, 12/pcte	3710034600
Padrão de controle de qualidade multielemental Agilent 27	5190-9418
Seringa, 5 mL, diluidor ADS (para solução transportadora de ICP-OES e ICP-MS)	5299-0037
Seringa, 10 mL, diluidor ADS (para diluente de ICP-OES)	5299-0038
Loop de amostra ADS/AVS 1,50 mL com ID de 1,00 mm 1/pcte	5005-0425
Kit de frasco de diluente/sol. transportadora para ADS 2 e amostrador automático (6 L PEAD)	5005-0435
Padrão de alumínio (Al), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8353
Padrão de antimônio (Sb), 10.000 µg/mL, em 1% de HNO ₃ , 1% de ácido tartárico, 500 mL	5190-8355
Padrão de arsênio (As), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8357
Padrão de bário (Ba), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8359
Padrão de berílio (Be), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8361
Padrão de boro (B), 10.000 µg/mL, em 1% de NH ₄ OH, 500 mL	5190-8365
Padrão de cádmio (Cd), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8367
Padrão de cálcio (Ca), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8369
Padrão de cério (Ce), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8371
Padrão de cromo (Cr), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8375
Padrão de cobalto (Co), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8377
Padrão de cobre (Cu), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8379
Padrão de chumbo (Pb), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8407
Padrão de lítio (Li), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8409
Padrão de magnésio (Mg), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8413
Padrão de manganês (Mn), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8415
Padrão de mercúrio (Hg), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8417
Padrão de níquel (Ni), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8423
Padrão de fósforo (P), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8429
Padrão de potássio (K), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8433
Padrão de selênio (Se), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8449
Padrão de prata (Ag), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8453
Padrão de sódio (Na), para ICP-OES e MP-AES, 10.000 µg/mL, 500 mL	5190-8206
Padrão de estrôncio (Sr), para ICP-OES e MP-AES, 10.000 µg/mL, 500 mL	5190-8208
Padrão de titânio (Ti), 10.000 µg/mL, em H ₂ O, 500 mL	5190-8225
Padrão de vanádio (V), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8229
Padrão de zinco (Zn), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 500 mL	5190-8235
Padrão de ferro (Fe), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 100 mL	5190-8402
Padrão de molibdênio (Mo), 10.000 µg/mL, em 1% de NH ₄ OH, 100 mL	5190-8418
Padrão de tálio (Tl), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 100 mL	5190-8217
Padrão de estanho (Sn), 10.000 µg/mL, em 20% de HCl, 100 mL	5190-8221
Padrão de zircônio (Zr), 10.000 µg/mL, em 5% de HNO ₃ , 100 mL	5190-8236

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE36347297

Essas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.