

Guia de manutenção e de solução de problemas de AA

Dicas, truques e bons conselhos para garantir que seus instrumentos de absorção atômica sejam otimizados para um melhor desempenho e que seus SOPs de manutenção sejam robustos e confiáveis.



Autor

Eric Vanclay,
Gerente de Marketing de
Produtos Consumíveis de
Espectroscopia, Agilent
Technologies, Austrália

Introdução

O objetivo deste artigo é apresentar algumas dicas e truques do mundo real que podem ajudá-lo a cuidar e manter seus instrumentos de absorção atômica (AA) e ajudá-lo a melhorar suas análises. Serão fornecidas diretrizes para ajudá-lo na solução de problemas e na manutenção. Algumas dessas dicas podem ser familiares, mas deve haver pelo menos algumas ideias novas relacionadas a dicas de manutenção ou diretrizes de solução de problemas para melhorar o desempenho de instrumentos, aplicações ou melhorar a facilidade de uso.

A Agilent Technologies requisitou uma pesquisa independente de gerentes de laboratório de diferentes segmentos de mercado. O objetivo principal da pesquisa era entender os pontos problemáticos dos gerentes de laboratório e descobrir quais eram suas preocupações mais urgentes. A pesquisa foi realizada pela Frost & Sullivan através de um questionário on-line de 30 minutos em 4 países: Alemanha, Reino Unido, Estados Unidos e China. Um total de 700 pessoas participaram da pesquisa, variando em experiência, tamanho da empresa, papel e função primária.

Os gerentes de laboratório enfrentam desafios que estão amplamente ligados à manutenção de instrumentos e à crescente complexidade dos requisitos de testes. Pouco mais da metade dos laboratórios processa de 500 a 1.000 amostras por semana, e 45% dos entrevistados disseram que há pressão para aumentar o número de amostras para além da capacidade atual. A produtividade é limitada em grande parte pelo tempo consumido no preparo de amostra, tempo de inatividade do instrumento devido à manutenção programada ou tempo de inatividade não planejado e transferência/validação de métodos de novos instrumentos. Quando solicitados a justificar as principais causas para o tempo de inatividade não planejado, os entrevistados citaram problemas com o preparo de amostras (78%), avaria do instrumento (64%) e erro do operador/técnico (45%). Curiosamente, a pesquisa destacou que 1 em cada 5 entrevistados considera o tamanho do laboratório um desafio, sendo que 75% deles acreditam que instrumentos que economizam espaço podem ajudar a superar esse desafio.

Lâmpadas de cátodo oco

As lâmpadas de cátodo oco (HC) da Agilent estão disponíveis nos formatos codificados e não codificados. As lâmpadas codificadas têm pinos extras na base, permitindo que o instrumento identifique para qual elemento a lâmpada se destina. Isso significa que o instrumento pode localizar e iniciar automaticamente a lâmpada, mesmo que ela tenha sido colocada na posição errada no instrumento. As lâmpadas não codificadas fornecem o melhor valor e são compatíveis com todos os sistemas Agilent e a maioria dos sistemas AA de outros fabricantes (exceto PerkinElmer e Shimadzu). Para melhorar a sensibilidade e reduzir os limites de detecção, a Agilent também oferece uma gama de lâmpadas com aumento de descarga com alta intensidade conhecidas como lâmpadas UltrAA. Essas lâmpadas UltrAA usam a corrente padrão de lâmpadas, mas aplicam um aumento de descarga adicional dentro da lâmpada para aumentar a intensidade da emissão. O aumento na corrente é proporcionado por um módulo de controle secundário (integrado ao instrumento ou fornecido em um módulo externo). As lâmpadas UltrAA Agilent são uma grande variedade de lâmpadas de cátodo oco com aumento de descarga com alta intensidade, que podem substituir as lâmpadas convencionais para determinações de AA. As lâmpadas UltrAA reduzem os limites de detecção para as aplicações de AA mais exigentes de chama, forno e vapor e oferecem:

- até 30% mais sensibilidade, em comparação com uma lâmpada HC padrão,
- faixa de calibração ampliada e, ao mesmo tempo, manutenção da precisão analítica,
- vida útil mais longa da lâmpada, excedendo 8.000 mA horas de operação,
- plug-and-play (plugar e operar) para uma operação mais simples.

Os sistemas AA Agilent Zeeman podem apresentar um módulo de controle integrado (montado de fábrica). Atualizações de campo estão disponíveis para outros sistemas AA da Agilent, garantindo ampla compatibilidade. A gama de lâmpadas de alta intensidade UltrAA pode ser usada com todos os instrumentos AA da Agilent. Para um desempenho superior e de baixo custo com aplicações desafiadoras, selecione lâmpadas UltrAA de alta intensidade. As lâmpadas UltrAA Agilent diminuem os limites de detecção para as aplicações de AA mais exigentes.

A Agilent também oferece uma ampla gama de lâmpadas codificadas de 50 mm compatíveis com todos os sistemas de AA da PerkinElmer. Eles fornecem operação econômica e alcançam o desempenho das lâmpadas originais PerkinElmer Lumina.

As lâmpadas Agilent oferecem muitas vantagens para os usuários de absorção atômica. Primeiro, elas fornecem o melhor desempenho – uma combinação da composição exclusiva do cátodo e procedimentos de processamento exclusivos da lâmpada garantem boa intensidade e sensibilidade, baixo ruído e operação estável a longo prazo. Em segundo lugar, as lâmpadas também são projetadas para fornecer um serviço muito longo, resultado da composição exclusiva do cátodo e preenchimento de gás ideal dentro da lâmpada. O tempo de vida útil típico das lâmpadas Agilent excede 5.000 mA horas de operação, reduzindo os custos operacionais e o tempo de inatividade devido a falhas na lâmpada. Em terceiro lugar, tem melhor estabilidade – as lâmpadas Agilent são pré-condicionadas para estarem prontas para uso imediatamente após saírem da caixa. Isso pode levar a uma melhor produtividade e melhor desempenho do instrumento sem precisar condicionar a lâmpada inicialmente. Em seguida, as lâmpadas Agilent são projetadas para fornecer pureza espectral aprimorada. Conforme mostrado na Figura 1, as lâmpadas Agilent possuem um borrão de fuligem único que vem de um procedimento exclusivo de processamento de lâmpada. Este borrão é uma camada fina de zircônio ativado, que ajuda a absorver algumas impurezas que podem estar presentes na lâmpada durante a operação, melhorando a pureza espectral durante a vida útil da lâmpada. A vantagem final é a qualidade – as lâmpadas Agilent são fabricadas à mão em um ambiente com certificação ISO 9001 e usam etapas de processamento comprovadas. Antes do envio, todas as lâmpadas são analiticamente testadas para garantir o cumprimento dos padrões de intensidade, ruído e estabilidade exigidos da Agilent. O equipamento de teste é calibrado regularmente.

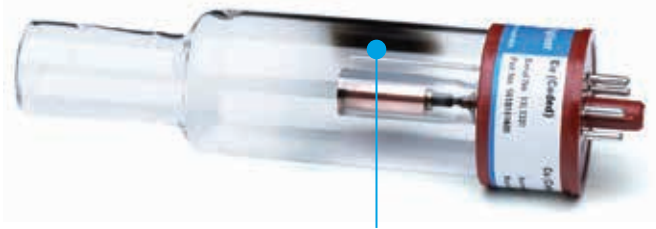


Figura 1. Borrão preto característico da fuligem originada pelo processamento exclusivo da lâmpada. Pode também ver algum material catódico depositado durante o processamento da lâmpada.

Desempenho

O desempenho das lâmpadas HC Agilent é demonstrado por uma análise competitiva que pode ser encontrada em www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/public/5991-5023PTBR_Hollow_Cathode_Lamps_WhitePaper.pdf. Lâmpadas que exigem tempos de estabilização excessivos ou lâmpadas que nunca atingem um equilíbrio podem criar problemas para o analista. Assim que a análise começa, o desvio na intensidade da lâmpada pode alterar o sinal analítico, apresentando erros significativos. Isso é particularmente crítico a níveis residuais, em que o desvio pode até ser maior do que a absorbância da amostra.

A Figura 2 mostra a estabilidade a curto prazo para as lâmpadas de selênio (Se), com a lâmpada Agilent mostrada em azul claro contra outras lâmpadas concorrentes. Esse traço de estabilidade é mostrado após um tempo de aquecimento de 10 minutos. Enquanto a maioria das lâmpadas era adequadamente estável, a lâmpada representada pelo traço laranja nunca pareceu se estabilizar. A estabilidade a longo prazo também é mostrada, com base na absorbância medida para um padrão de calibração a uma concentração de 120 ppm. As linhas contínuas em vermelho mostram os limites de controle de $\pm 5\%$ de variação do resultado esperado. A lâmpada Agilent (azul claro) oferece a melhor estabilidade geral com a precisão média sendo $<1\%$ RSD para todas as medições durante esse período de 1 hora, em comparação com o pior resultado, que foi $>3\%$ RSD.

O gráfico inferior mostra a vida útil da lâmpada para as lâmpadas de selênio (Se) e de chumbo (Pb). A lâmpada Agilent (cores azuis) apresentou o tempo de vida útil mais longo para esses dois elementos, bem mais de 4 vezes mais do que o concorrente mais próximo da lâmpada de Se, e cerca de 20% mais do que o concorrente mais próximo da lâmpada de Pb.

A comparação das curvas de calibração para o chumbo (Pb) a 217,0 nm é mostrada na Figura 3. A lâmpada Agilent fornece boa sensibilidade, equivalente ao desempenho da lâmpada SGM. A comparação das curvas de calibração para cádmio (Cd) a 228,8 nm também é mostrada. A lâmpada Agilent oferece a melhor sensibilidade e linearidade. Os limites de detecção do instrumento para esses dois elementos também são comparados. Em cada caso, a lâmpada Agilent forneceu o melhor (ou o menor) limite de detecção, significativamente melhor do que as lâmpadas concorrentes de preço mais baixo.

O estudo também examinou o desempenho/vida útil da lâmpada Agilent com vários concorrentes importantes em relação às lâmpadas de arsênio (As), cádmio (Cd), ouro (Au), cobre (Cu) e sódio (Na). A lâmpada Agilent apresenta o tempo de vida útil mais longo para cada um destes elementos, mais de 2,5 vezes mais longo do que o concorrente mais próximo para a maioria dos elementos e cerca de 25% mais longo que o concorrente mais próximo para a lâmpada de sódio.

Existem vários equívocos sobre o uso de lâmpadas multielementares com a técnica AA. Por exemplo, muitos usuários acham que lâmpadas multielementares têm vida útil mais curta e pioram o desempenho analítico. A Agilent fornece uma ampla gama de lâmpadas multielementares que oferecem desempenho similar ao da linha de lâmpadas de elemento único. Como mostramos para a gama de lâmpadas multielementares, cada uma delas oferece uma vida satisfatória, desmentindo o mito de vidas úteis mais curtas. Em termos de desempenho, vemos que quando a lâmpada é operada na corrente recomendada para a lâmpada multielementar, a sensibilidade obtida com essa lâmpada é comparável àquela alcançada com uma lâmpada de elemento único. Pode haver uma leve degradação no limite de detecção alcançado, mas essa mudança é relativamente pequena. A preocupação sobre o baixo desempenho de uma lâmpada multielementar também é um mito.

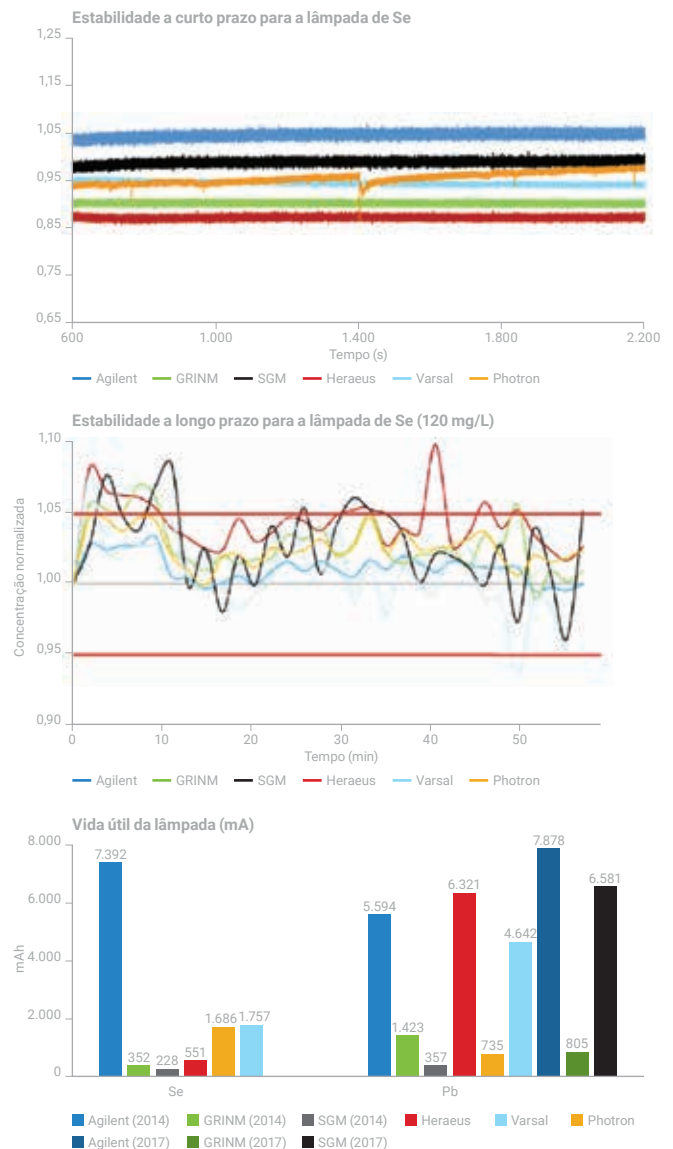


Figura 2.

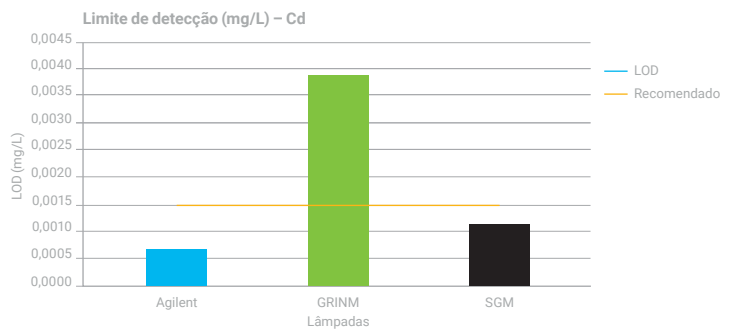
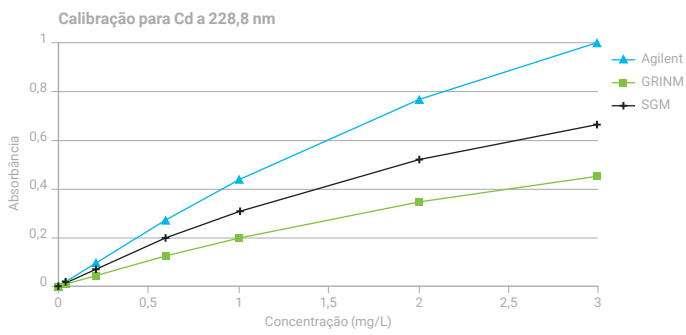
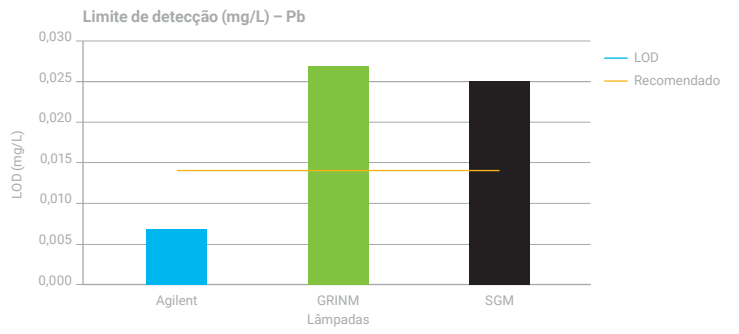
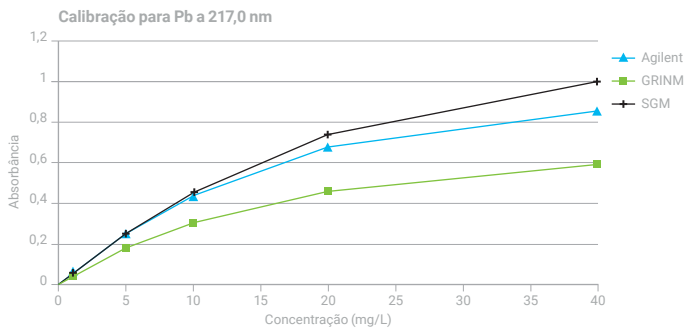


Figura 3.

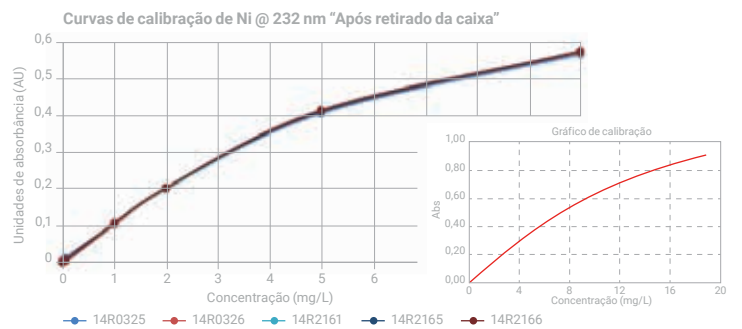
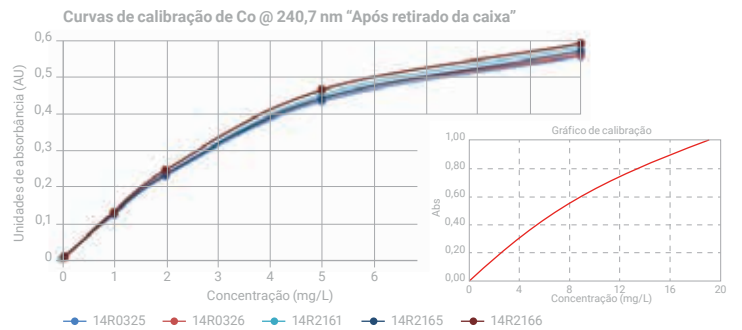
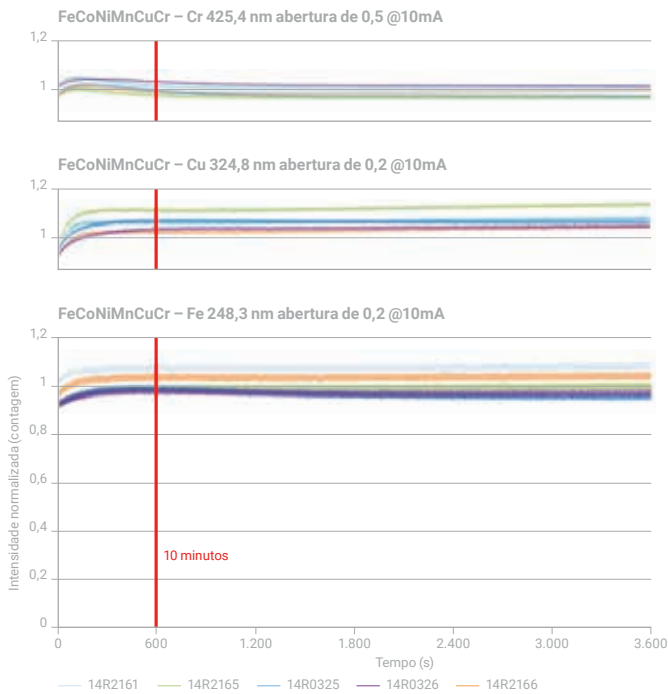


Figura 4.

A Figura 4 compara o desempenho de vários elementos em uma lâmpada multielementar para Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni. Como mostrado nos traços à esquerda, a estabilidade de curto prazo para cada elemento é muito boa após um período inicial de aquecimento. No lado direito, mostramos o gráfico de calibração esperado para os elementos listados retirados do livro de espectrômetro de absorção atômica chama (AAS chama). O gráfico de calibração maior mostra a sensibilidade alcançada para os elementos que usam a lâmpada multielementar. A sensibilidade medida corresponde ao desempenho esperado do livro, confirmando novamente que não há comprometimento do desempenho ao usar uma lâmpada multielementar, operada usando as condições recomendadas para esse tipo de lâmpada.

Dicas e recomendações operacionais

Como observado anteriormente, as lâmpadas multielementares geralmente exigem condições operacionais diferentes das usadas para uma lâmpada de elemento único. A corrente da lâmpada, a largura de fenda recomendada e até mesmo os comprimentos de onda recomendados podem ser diferentes ao usar uma lâmpada multielementar. No entanto, quando operado usando as condições recomendadas, o desempenho da lâmpada multielementar é equivalente.

O que mais devemos ter em mente ao trabalhar com qualquer lâmpada HC. Primeiro, vamos considerar o cuidado geral e a operação da lâmpada. A lâmpada é frágil, por isso precisamos evitar choques indevidos ou estresse. Também devemos garantir que não haja impressões digitais na janela final da lâmpada, onde a luz passa para o sistema óptico da instrumentação. Óleo e gordura da sua pele podem se acumular nessa superfície e reduzir a transmissão da luz para a ótica, diminuindo o desempenho. Isso é especialmente crítico para elementos que têm comprimentos de onda de emissão na região UV ou para elementos com intensidade relativamente baixa, como lâmpadas para As, Se e Ni.

É sempre uma boa prática permitir que a lâmpada aqueça por cerca de 10 minutos no início da análise, permitindo que a saída se estabilize e, conforme já destacado, funcione com as condições de operação recomendadas – para a lâmpada Agilent, elas estão convenientemente listadas na etiqueta da base (incluindo a corrente, o comprimento de onda e a largura de banda espectral recomendados). Ao trabalhar com a lâmpada, é bom monitorar o desempenho, em particular, o valor percentual de "ganho" mostrado ou exibido durante a otimização. Você deve comparar esse valor com os valores típicos de "ganho" disponíveis no site da Agilent (www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762). Uma alteração significativa no valor de "ganho" para a lâmpada pode indicar que a lâmpada está chegando ao fim de sua vida útil. Se estiver trabalhando com um sistema de forno de grafite, recomendamos que você alinhe a lâmpada sem a cabeça de trabalho do forno no caminho óptico: alinhe a lâmpada primeiro, coloque a cabeça de trabalho em posição e alinhe a cabeça de trabalho para obter a máxima taxa de transferência de luz através da cabeça de trabalho do sistema de forno de grafite.

Outro tipo de fonte de radiação que deve ser considerado é a lâmpada de Deutério, que é usada para correção do sinal de fundo em seu sistema de AA. Na maioria dos instrumentos de AA, a lâmpada de deutério é usada particularmente nessa faixa de comprimento de onda entre 200 e 400 nm. Não usamos acima de 400 nm, pois não há saída utilizável da lâmpada. A maior parte do sinal de fundo observado é entre 200 e 400 nm. O sistema de correção do sinal de fundo Agilent fornece boa capacidade para corrigir até 2,5 unidades de absorvância no sinal de fundo e fornecer correção rápida com atraso menor que 2 ms entre leituras. Isso pode minimizar o erro de correção que ocorre ao trabalhar com o corretor de sinal de fundo.

Outras perguntas comuns sobre a lâmpada de deutério incluem:

- A lâmpada está sempre ligada? A resposta é "não", porque a lâmpada só estará acesa quando o instrumento estiver sendo inicializado e depois é desligada, a menos que você esteja usando a correção do sinal de fundo no método atual em corrida.
- Qual é a vida útil da lâmpada? É difícil citar um valor específico porque existem muitas variáveis, mas, normalmente, vemos vidas úteis que excedem 1.000 horas de operação. Para a maioria dos usuários que estão trabalhando com o corretor de sinal de fundo com frequência, a lâmpada normalmente precisará ser substituída anualmente.

Agora, vamos considerar algumas outras dicas para ajudar você a maximizar o desempenho do seu sistema AA.

Evitando a obstrução do nebulizador

Uma das considerações mais importantes ao procurar evitar a obstrução do nebulizador é enxaguar o nebulizador entre amostras e, especialmente, por alguns minutos no final da corrida antes de extinguir a chama. Isso permite a remoção de qualquer resíduo restante da amostra do nebulizador e pode ajudar a evitar a ocorrência de obstruções. O preparo de amostras também desempenha um papel crítico aqui, e quaisquer partículas grandes devem ser removidas da amostra. Isso significa filtração ou centrifugação de amostras. Se usar o último método, quando se trabalha com um amostrador automático, ou mesmo quando a amostragem é manual, fazer a amostragem acima do nível onde há algum sedimento no recipiente de amostra é essencial. Ao limpar capilares de amostra entre amostras, devem-se usar lenços sem fiapos ou fibras que possam obstruir o nebulizador. Quando um nebulizador é obstruído, a melhor solução é desmontar completamente o nebulizador e submeter à sonificação os componentes em uma solução detergente em um banho ultrassônico. O nebulizador pode então ser enxaguado e remontado. Também é possível remover imediatamente a obstrução com um fio para limpeza, mas apenas como uma solução de curto prazo. No entanto, é sempre melhor pensar em "prevenção" e cuidar do preparo de amostras e enxaguar o sistema de introdução de amostras.

Realizar o tuning do sistema de atomização também pode ajudar a reduzir a obstrução do nebulizador. Portanto, para a maioria das aplicações, as pás de mistura devem ser instaladas dentro da câmara de nebulização. Otimize a posição da pérola de impacto para que você tenha a melhor combinação de sensibilidade e precisão. Use tubulação capilar de tubo estreito. Se você quiser uma melhor sensibilidade, você pode retirar as pás de mistura. Você pode ajustar a pérola de impacto mais longe do nebulizador. Se você usar tubos de grande diâmetro, obterá uma taxa de aspiração muito maior, o que significa que você terá uma melhora na sensibilidade. Seu nível de ruídos aumentará um pouco, mas o sinal também aumentará drasticamente. Assim, o desempenho sinal/ruído geral será melhor. Para amostras mais difíceis, com níveis mais altos de sólidos dissolvidos, você deve primeiro garantir que as pás de mistura estejam no lugar. Em seguida, ajuste a pérola para sensibilidade máxima e gire o ajustador de pérola pelo menos meia volta no sentido horário em direção ao nebulizador a partir da posição de sensibilidade ideal. Isso significa que você vai compensar um pouco a sensibilidade, talvez reduzindo-a em cerca de 10%, mas por estar mais perto do nebulizador, haverá menos chances de obstrução do sistema de introdução de amostras. E, claro, isso significa que você pode obter melhor desempenho e estabilidade a longo prazo.

É importante considerar os procedimentos pelos quais passamos no final do dia, uma vez que a análise esteja completa, pois isso também tem um grande impacto sobre o desempenho do instrumento. O procedimento de desligamento recomendado é o seguinte:

- Aspirar a solução de enxágue por alguns minutos antes de desligar a chama (para lavar o nebulizador e remover qualquer resíduo restante da amostra).
- Extinguir a chama e deixar o queimador esfriar.
- Remover o queimador e despejar pelo menos 500 mL de água através da câmara de nebulização (para lavar qualquer resíduo ácido do trap de líquido).
- Esvaziar o recipiente de resíduos.
- Desligar os gases na alimentação do instrumento.
- Fechar o software.
- Desligar o instrumento.

Seguindo esse procedimento, vamos lavar todo o sistema de introdução de amostras e enxaguar todo o resíduo ácido. Isso significa que teremos menos chances de obstrução e menos chance de degradação na instrumentação.

Manutenção do sistema de introdução de amostras

Aqui estão algumas diretrizes que podem ajudá-lo na limpeza do sistema de atomização. O queimador é provavelmente a peça que apresenta maior dificuldade para muitos usuários. Para limpar o queimador, recomendamos que ele seja polido, principalmente no interior de sua abertura. Use um polidor de metal, algo que você usa para limpar latão. Usamos um material chamado "Brasso", mas se ele não estiver disponível, outro polidor de metal líquido recomendado para a limpeza de latão funcionará muito bem. Use a tira de limpeza do queimador para introduzir o polidor de metal dentro da abertura do queimador (Figura 5, acima). E, em seguida, use a placa para polir o interior da abertura do queimador em ambos os lados. Quanto mais você polir, melhor será o desempenho. No final, você terá um desempenho e uma resistência ao bloqueio muito melhores se tiver um queimador limpo e bem polido.



Figura 5.

Limpar a câmara de nebulização é simples: desmonte e lave em uma solução detergente. Também é essencial monitorar a condição dos componentes internos, especialmente a pérola de impacto de vidro. A Figura 5 (abaixo) mostra a condição de uma pérola bem usada. Ela está bastante perfurada. Se você ver muitos entalhes ou ranhuras na superfície da pérola, ela não terá um bom desempenho, pois haverá quebra do fluxo de amostra. Você deve substituir a pérola imediatamente se tiver nessas condições. A pérola de impacto é crítica porque permite controlar o desempenho do instrumento. O ajustador de pérola externa permite controlar a posição da pérola. Ao ajustar a posição da pérola, você pode sintonizar o instrumento para obter a sensibilidade de que precisa. Se você afastar a pérola do nebulizador, verá um aumento no sinal. O sinal deve passar por algum máximo e, quando você mover a posição da pérola para mais longe, a absorvância diminuirá novamente. O posicionamento da pérola é fundamental para ajudar você a obter um bom desempenho.

Padrões exatos

Como todas as medições da amostra são feitas com referência à calibração inicial, a precisão da análise depende da precisão dos padrões de calibração. Os padrões de calibração usados devem estar isentos de contaminantes e, o mais importante, devem ser certificados usando as técnicas mais rigorosas e robustas, com evidências para provar isso. A definição de um "Material de Referência Certificado" (CRM) é um material de referência, que é fornecido com um certificado, que teve um ou mais dos seus valores de concentração certificados por um procedimento que estabelece a rastreabilidade a um padrão ou unidade exata e cada valor certificado é acompanhado por uma incerteza em um nível declarado de confiança.

O uso de CRMs para preparar padrões de calibração melhora a precisão, estabelece rastreabilidade e permite a quantificação da medição da incerteza. Outra razão para os clientes quererem trabalhar com CRMs é por ser orientada pela regulamentação. Cada vez mais, órgãos reguladores nacionais como a Associação Nacional de Autoridades de Ensaio, Austrália (NATA) e o Serviço de Acreditação do Reino Unido (UKAS) estão exigindo que laboratórios certificados pelo Guia ISO 34 usem CRMs (quando disponíveis e necessários) para a verificação/validação de seus métodos.

Os CRMs Agilent são fabricados em uma instalação com certificação ISO 9001, ISO Guia 34 e em um laboratório de testes ISO/IEC 17025. Os padrões Agilent usam os elementos e compostos de pureza mais alta disponíveis (normalmente 99,999 +%), bem como ácidos e solventes de alta pureza. As matérias-primas são analisadas e verificadas quanto a impurezas em nível de traço usando um ICP-MS Agilent. Os metais são pré-lavados com ácido e enxaguados com água de alta pureza e os sais são secos a um peso constante. As soluções são preparadas gravimetricamente, em um ambiente ultralimpo. As digestões ácidas são realizadas em recipientes de polietileno de alta densidade (PEAD) ou PTFE pré-limpas para evitar a contaminação do recipiente de reação. As balanças e os frascos

volumétricos são calibrados de acordo com os procedimentos do NIST. Padrões de petróleo são misturados em reatores de PEAD ou vidro pré-lavados.

Os CRMs de espectroscopia Agilent são certificados usando o protocolo de espectroscopia de alto desempenho desenvolvido pelo NIST e por meio de métodos clássicos de química úmida (titulometria ou gravimetria). Tanto a concentração certificada quanto os valores de incerteza são rastreáveis aos padrões espectrométricos NIST SRM série 3100 para garantir a mais alta precisão e rastreabilidade. Os padrões são embalados em frascos PEAD pré-limpas antes de serem enviados em sacos poli-selados com selos invioláveis. Os frascos são lixiviados com ácido e triplamente enxaguados com água deionizada antes de serem utilizados. Os padrões têm uma longa vida útil, de 18 a 24 meses, comprovada por estudos de estabilidade a longo prazo realizados como parte das exigências para acreditação do Guia 34.

Todos os padrões da Agilent são acompanhados por um Certificado de análise (COA) abrangente. Impurezas em níveis de traços são doseadas usando um ICP-MS Agilent e relatadas no COA para padrões ICP-OES/ICP-MS.

A Agilent agora oferece uma linha completa de CRMs de espectroscopia, fabricados de acordo com a ISO 17025 e Guia ISO 34, para aplicações de AA, MP-AES, ICP-OES e ICP-MS. A Agilent também oferece uma linha completa de padrões metalo-orgânicos e de biodiesel de um ou vários elementos, óleo básico e solvente puro para a preparação de padrões de trabalho para análise de aditivos de lubrificantes, desgaste de metais e produtos de petróleo. Os padrões metalo-orgânicos e de biodiesel da Agilent usam métodos exclusivos para sintetizar materiais metalo-orgânicos que oferecem a pureza e a estabilidade necessárias para produzir essa linha de CRMs de um ou vários elementos em matrizes orgânicas, também certificadas pelo Guia ISO 34. Com os CRMs Agilent, seu laboratório terá garantia de qualidade, pureza e consistência.

Aqui estão algumas perguntas a serem consideradas na preparação de seus padrões de calibração. Vamos nos concentrar nas coisas que são comuns, nas coisas que provavelmente já deveríamos saber, mas talvez nem sempre nos lembramos, ou talvez nem sempre sigamos os procedimentos corretos:

- O padrão ainda está dentro de sua "data de validade"?
- Você está trabalhando com as melhores pipetas calibradas e vidraria de grau A?
- Você está verificando regularmente a precisão das pipetas?
- Você está usando água deionizada para minimizar a contaminação?
- Você está trabalhando com diluição em série para evitar a introdução de grandes erros de diluição?
- Como você está armazenando as amostras? Os padrões devem ser acidificados para garantir que eles tenham a melhor estabilidade. Recipientes plásticos (PFA ou FEP) garantem melhor estabilidade.

Você está reabastecendo os padrões com frequência? Particularmente, se você está trabalhando em níveis de traço, é essencial preparar novos padrões toda vez que usar seu instrumento. Isso pode acontecer todos os dias, pode ser uma vez por semana, dependendo da sua carga de trabalho de amostras.

Reduzindo a contaminação

Você deve pensar na possibilidade de contaminação, porque a contaminação pode vir de tudo que interaja com sua amostra, seja durante o armazenamento, seja durante a digestão ou mesmo durante a análise. Pense na pureza do reagente, encontre sempre os melhores reagentes possíveis e certifique-se de verificar o certificado de análise para esses reagentes. Isso pode variar de um lote para outro. Qual é o nível de possíveis contaminantes nessa amostra? A verificação do certificado de análise destacará se houver elementos presentes em um nível mais alto, o que poderia causar um problema para sua aplicação. Certifique-se de fechar os reagentes imediatamente após o uso.

Outra causa comum de contaminação é a água reagente. Se você não está trabalhando com água deionizada, ou se não está mantendo seu sistema de água adequadamente, isso pode ser um problema em potencial. Se você estiver trabalhando com ponteiros de pipetas coloridas, elas podem introduzir uma possível contaminação, principalmente de elementos como cobre, ferro, zinco e cádmio. Trabalhar com ponteiros naturais é preferido.

Melhorando a precisão

Para melhorar a precisão, você também precisa se concentrar em seus procedimentos de digestão de amostras. Verifique se você está usando a digestão de amostra mais adequada. Você quer ter certeza de que o método que você está usando é adequado para sua aplicação. Isso também é tão importante quanto se está trabalhando com um sistema de digestão bloqueado ou mesmo com um sistema de digestão por micro-ondas.

Você verificou se há alguma perda de analito durante a digestão? Você verificou se há alguma contaminação ocorrendo durante a preparação? Para fazer isso, use um CRM durante seu processo de preparação e análise. Essa é uma boa checagem para verificar se seu sistema está funcionando corretamente.

Outra checagem para contaminação é trabalhar com um reagente em branco e incluí-lo em cada lote de amostras que você preparar. Isso significa passar água reagente durante o processo de preparação. Meça isso como uma amostra, e se você observar níveis mais altos, pode apontar uma contaminação. Trabalhar com um reagente em branco é recomendado para todas as análises. Pode não ser necessário verificar o processo de digestão em cada corrida, mas é bom fazer essa verificação periodicamente e, especialmente, se você estiver configurando um novo método.

Sensibilidade analítica

Uma das últimas verificações que devemos fazer se quisermos melhorar o desempenho de nossa instrumentação é checar a sensibilidade analítica que estamos obtendo. Uma das coisas com as quais muitos usuários têm problemas é o alinhamento dos queimadores. Precisamos otimizar o posicionamento do queimador verticalmente, horizontalmente e rotacionalmente. A melhor maneira de fazer isso é usar o alinhamento do queimador e as tiras de limpeza. Você pode posicioná-los no queimador e, em seguida, usar a área alvo de forma a garantir que o queimador esteja corretamente alinhado com relação à luz da lâmpada HC.

Dessa forma, você pode fazer uma verificação visual muito rápida para checar se o feixe de luz está funcionando paralelamente à abertura do queimador. Também é uma boa prática verificar a taxa de aspiração do nebulizador. Idealmente, deve estar na faixa próxima a 5 mL/min. Se necessário, você pode ajustar o nebulizador ou limpá-lo se houver uma obstrução parcial e você tiver uma baixa taxa de aspiração de amostra. Depois de fazer esses ajustes preliminares, você deve aspirar um padrão e otimizar o sistema para obter a sensibilidade máxima. Aqui, queremos nos concentrar em coisas como a posição da pérola de impacto para que possamos usar o ajustador para garantir que estamos obtendo a melhor sensibilidade e a melhor precisão.

Em seguida, vamos nos concentrar na química da chama. A estequiometria da chama é especialmente crítica para elementos que usam a chama de óxido nitroso/acetileno, mas até mesmo para elementos que trabalham com uma chama de ar acetileno. Ao ajustar seus fluxos de gás, você pode alterar a sensibilidade e otimizar seu desempenho.

O ajuste do fluxo de acetileno torna-se muito mais crítico ao usar a chama de óxido nitroso/acetileno. A Figura 6 fornece um exemplo de condições de otimização para o queimador de acetileno-óxido nitroso. Normalmente, quando se trabalha com esse tipo de queimador, é porque você precisa realizar a medição dos elementos mais refratários. E esses elementos tem necessidade de que acetileno extra seja adicionado à chama, para obter uma boa atomização e conseguir um bom sinal. Normalmente, quando se trabalha com a chama de óxido nitroso, você tem necessidade de adição de acetileno extra na chama. Nas condições analíticas do livro, muitas vezes você verá referências nas notas ou à altura do cone na chama. Isso se refere à altura da região colorida que você pode ver na Figura 6. Para alcançar uma chama rica, você tem necessidade de aumentar o fluxo de acetileno até oito litros por minuto.

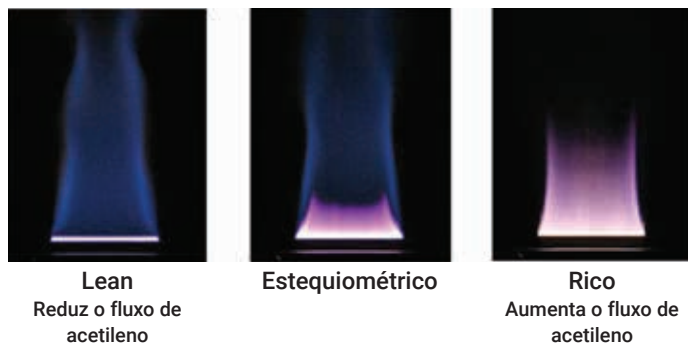


Figura 6.

Cronograma de manutenção recomendado

Aqui estão algumas diretrizes para ajudá-lo com a manutenção. Esses são os cronogramas de manutenção recomendados para absorção atômica chama. Observe que essas são apenas condições recomendadas, os momentos podem variar dependendo da aplicação e da carga de trabalho. Ajuste-os conforme necessário, com base no seu próprio uso.

O mais importante são as verificações que você necessita fazer toda vez que executar seu instrumento. Verifique se há gás suficiente nos cilindros no início da corrida (especialmente importante para o acetileno) para se certificar de que não haja contaminação cruzada de acetona para a caixa de gás do instrumento. Verifique se o exaustor está funcionando corretamente. Verifique a taxa de aspiração do nebulizador e inspecione o queimador para garantir que esteja limpo e aprovado para análise. Então você deve estar pronto para iniciar sua análise.

No final da corrida, siga o procedimento de desligamento recomendado para lavar o sistema de introdução de amostras e, em seguida, esvazie o recipiente de resíduos. Também é uma boa prática limpar as superfícies externas do seu sistema de absorção atômica, especialmente no compartimento de amostra, para remover qualquer resíduo ácido que possa ter sido acumulado nessas superfícies.

Semanalmente, ou assim que necessário, faça a limpeza do queimador e do sistema de atomização de chama. Enquanto faz isso, inspecione os componentes, principalmente a pérola de impacto e as condições de todos os o-rings, para garantir que estejam em boas condições. Se os o-rings estiverem danificados ou obviamente esticados, substitua-os imediatamente, caso contrário, eles não farão o trabalho e não lhe darão uma boa vedação. Verifique periodicamente as janelas ópticas no instrumento e realize a limpeza conforme necessário.

Se você seguir esses procedimentos, será capaz de obter um bom e consistente desempenho de sua instrumentação.

Principais consumíveis para AA

Aqui estão algumas diretrizes gerais sobre os tipos comuns de consumíveis e suprimentos que você pode querer ter à mão para dar suporte ao uso de sua instrumentação. Todos os instrumentos necessitarão de lâmpadas de cátodo oco, assim como os padrões usados para calibração (CRMs). Para absorção atômica chama, é a maioria das peças do sistema de introdução de amostras, como pérolas de impacto, tiras de limpeza do queimador, componentes do nebulizador, tubulação capilar etc., que você deve ter disponíveis. Se você tem uma obstrução ou uma quebra, você pode desmontar o nebulizador, substituir o componente e continuar a análise.

Embora não tenhamos nos concentrado nas outras técnicas de AA nesta apresentação, também há alguns consumíveis-chave que você pode querer ter à mão. Para sistemas AA forno de grafite, você deve ter tubos de grafite, vials de amostra, capilar de descarte e seringa para o amostrador automático e modificadores de matriz. Para sistemas AA de geração de vapor, você deve ter células de atomização de quartzo, tubulação da bomba peristáltica e tubulação de conexão.

A Agilent oferece uma variedade de kits de consumíveis de, como os chamamos, kits de consumíveis de operação, que basicamente são um pacote de todos os consumíveis necessários em apenas um part number. Nós os temos para absorção atômica chama (Figura 7) e AA forno de grafite, bem como algumas das outras técnicas, ou alguns dos outros acessórios que você pode estar usando. Cada um desses kits inclui todos os componentes que você necessita para dar suporte à operação de seu instrumento por normalmente um ano de operação de rotina.

Componentes no kit de consumíveis de operação

1 nebulizador venturi, PEEK

1 kit capilar para nebulizador

1 bloco nebulizador fluorado

1 pacote de 5 pérolas de impacto de vidro

1 pacote de tubulação capilar de alto teor de sólidos, 3m

1 Mark 7 o-ring, para amostras aquosas

1 pacote de 5 pás de mistura, fluoradas

1 pacote de 100 placas de limpeza e alinhamento do queimador



Figura 7.

Ter um desses kits é uma maneira muito conveniente de garantir que você tenha as peças de reposição necessárias no momento em que precisar delas. Esses kits de consumíveis de operação podem ser encomendados anualmente para garantir o desempenho otimizado do instrumento durante todo o ano.



Figura 8.

A Figura 8 fornece uma visão geral do portfólio de espectroscopia atômica da Agilent. A Agilent oferece uma gama abrangente de instrumentação que vai desde sistemas de absorção atômica chama até ICP-QQQ e ICP-MS de ponta que fornece capacidade MS/MS para permitir o controle exclusivo da remoção de interferências no modo de reação. Independentemente da técnica com a qual você está trabalhando e do tipo de análise que está fazendo, você pode ter certeza de que a Agilent terá os produtos necessários para sua aplicação específica.

Resumo

Fornecemos algumas dicas e diretrizes para ajudar você a alcançar o melhor desempenho e dados de qualidade de sua instrumentação. A maioria dos desafios que você enfrenta depende da condição e da configuração do seu sistema de introdução de amostras. Concentrar-se na configuração, na condição e na manutenção de seu sistema de introdução de amostras (o queimador, a câmara de nebulização e o nebulizador) e fazer a manutenção adequada nessas áreas ajudará você a obter o melhor desempenho.

Depósitos em qualquer lugar do sistema de introdução de amostras podem afetar a velocidade com que a amostra é introduzida na chama, contribuindo para o desvio de sinais e potencialmente introduzindo contaminação. A manutenção adequada dessa área pode ajudá-lo a melhorar seus resultados, melhorar a qualidade de dados e superar possíveis problemas. Estabelecer uma rotina de procedimentos de manutenção pode ajudar você a fornecer aos analistas maneiras simples de identificar e corrigir os problemas.

Essas dicas e diretrizes ajudarão você a manter sua instrumentação e a obter o melhor desempenho e produtividade de sua instrumentação.

Recursos

Finalmente, aqui está uma visão geral dos recursos adicionais que estão disponíveis para ajudá-lo. A Agilent lançou recentemente o "AA Resource Hub", uma página de informações para todos os usuários de instrumentos de absorção atômica (www.agilent.com/pt-br/promotions/aa-resources). Um dos recursos principais do "AA Resource Hub" são os vídeos de manutenção e solução de problemas que abrangem as lâmpadas de absorção atômica chama, absorção atômica de forno de grafite e lâmpadas HC.

Abaixo está uma lista de recursos adicionais disponíveis para dar suporte aos usuários de absorção atômica:

[Perguntas frequentes sobre lâmpadas](#)

[Peças e consumíveis de absorção atômica](#)

[Notas de aplicação](#)

[Catálogo de consumíveis para espectroscopia](#)

[Padrões/CRMs](#)

[Consumíveis para instrumentação da PerkinElmer](#)

[Webinars para espectroscopia atômica](#)

[Guia de Referência Rápida AA](#)

Sobre o autor

Eric Vanclay é gerente de marketing de produtos consumíveis para espectroscopia da Agilent Technologies, com sede em Melbourne, Austrália. Ele se formou na Universidade Monash, em Melbourne, Austrália, como bacharel em ciências com foco em química, em 1985. Eric ingressou na Varian em 1988 e trabalhou em vários cargos, incluindo Especialista em produtos de absorção atômica, Gerente de produtos de absorção atômica, Gerente de marketing de exportação, Especialista em vendas/aplicações para a Europa (espectroscopia atômica), Gerente de produtos para ICP-OES e Gerente de produtos para MP-AES. Após a aquisição da Varian pela Agilent Technologies, Eric assumiu o papel de Gerente de marketing de produtos consumíveis de espectroscopia, com responsabilidade pelo suporte de vendas em campo, suporte ao cliente, desenvolvimento de produtos e marketing de consumíveis de espectroscopia. Ele tem mais de 30 anos de experiência com todas as técnicas de espectroscopia atômica.



www.agilent.com/chem

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impresso nos EUA, 11 de abril de 2019
5994-0858PTBR

