



Baixo custo de operação, mais produtividade e aplicações – Microwave Plasma 4200 MP-AES



Daniela Schiavo
Especialista de Aplicação
daniela.schiavo@agilent.com



Portfólio de Espectroscopia Atômica

ICP-OES



4200 MP-AES



ICP-MS



AA - Chama



AA - Forno



ICP-MS/MS



Desafios dos laboratórios para análises elementar

- Necessidade de análise multielementar com ampla faixa de calibração - produtividade
- Redução do custo da análise (gases, consumíveis; energia; entre outros)
- Dificuldade para fornecimento de gases – áreas remotas e regiões geográficas emergentes
- Segurança do laboratório – não utilizar gases inflamáveis



Agilent Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer (MP-AES)

Nova técnica para determinação elementar usando emissão atômica

- Plasma excitado por microondas
- Plasma baseado em nitrogênio – movido a ar (usando um derivador de N₂)

Melhor performance comparado com AA:

- Produtividade nas análises
 - 2x mais rápido do que um AA convencional
- Limites de detecção superiores e maior faixa linear

Fácil de usar:

- Software automatizado
- Tocha de fácil remoção e substituição – não é necessário realinhamento

Redução dos custos operacionais:

- Movido a ar – elimina a necessidade de acetileno, argônio, óxido nítrico e etc.
- Não é necessário lâmpadas de cátodo oco
- Instalação simples – não é necessário chiller

Segurança do Laboratório:

- Elimina o uso de gases inflamáveis

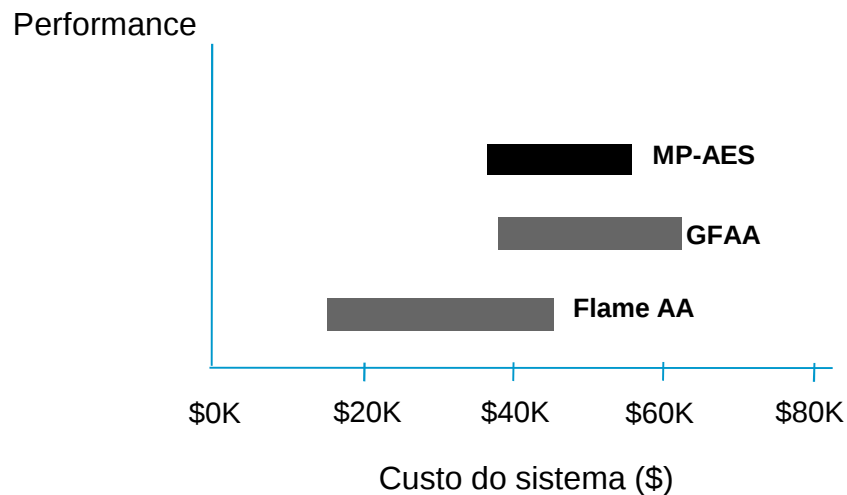


Agilent Technologies

Comparativo

MP-AES:

- ✓ Limites de detecção superiores
- ✓ Alta frequência analítica
- ✓ Análise multielementar
- ✓ Tolerância a matriz similar ao AA
- ✓ Redução do custo operacional

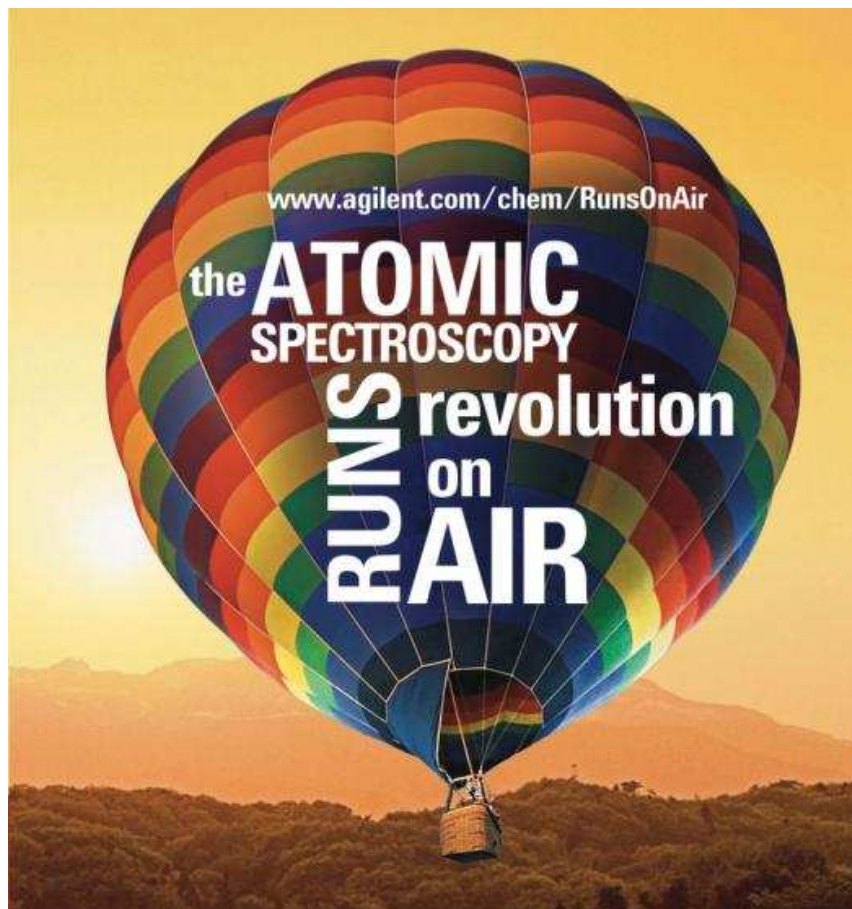


	Flame AA	GFAA	MP-AES
Faixa de trabalho			
%	●		●
ppm	●		●
High ppb	●	●	●
Low ppb		●	●
ppt		●	
Número de amostras			
Poucas	●	●	●
Várias	●		●
Muitas			●
Número de elementos por amostra			
Um	●	●	●
Poucos	●		●
Muitos			●
Tolerância a matriz			
< 3%	●	●	●
3 – 10%	●	●	●
> 10%		●	



Agilent Technologies

A mudança está no ar



A Agilent lançou o 4200 MP AES - revolucionário instrumento para a espectroscopia Atômica

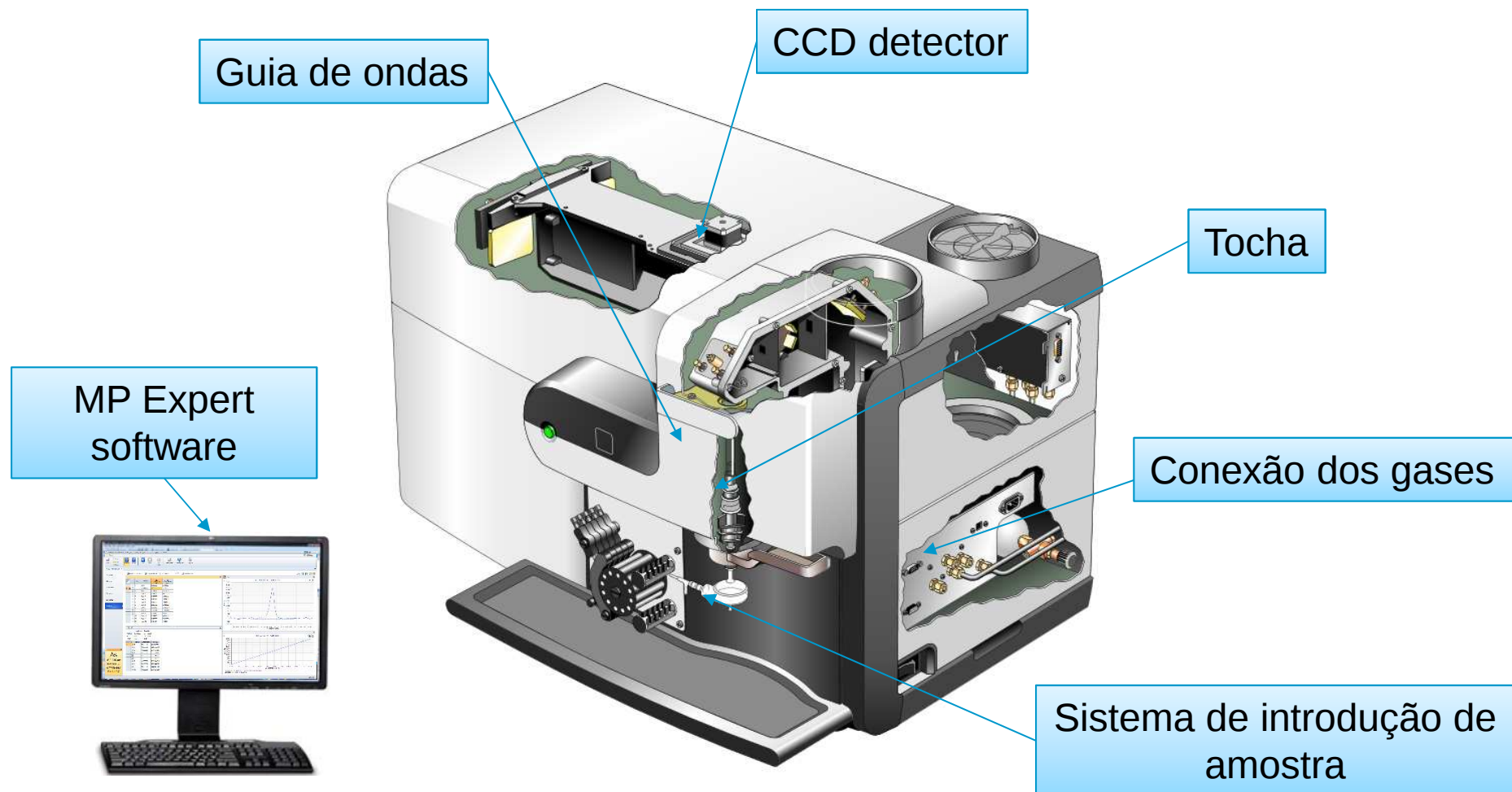
Esta técnica forneceu:

- Aumento de performance quando comparado o com um absorção atômica
- Tornou a análise de metais mais simples
- Diminuição dos custos operacionais
- Segurança no laboratório

Se você é um usuário de absorção atômica chama se prepare para economizar **milhares de reais** por ano.



Introduzindo o 4200 MP-AES



Agilent Technologies

Agilent Confidential

Magnetron + Guia de Ondas



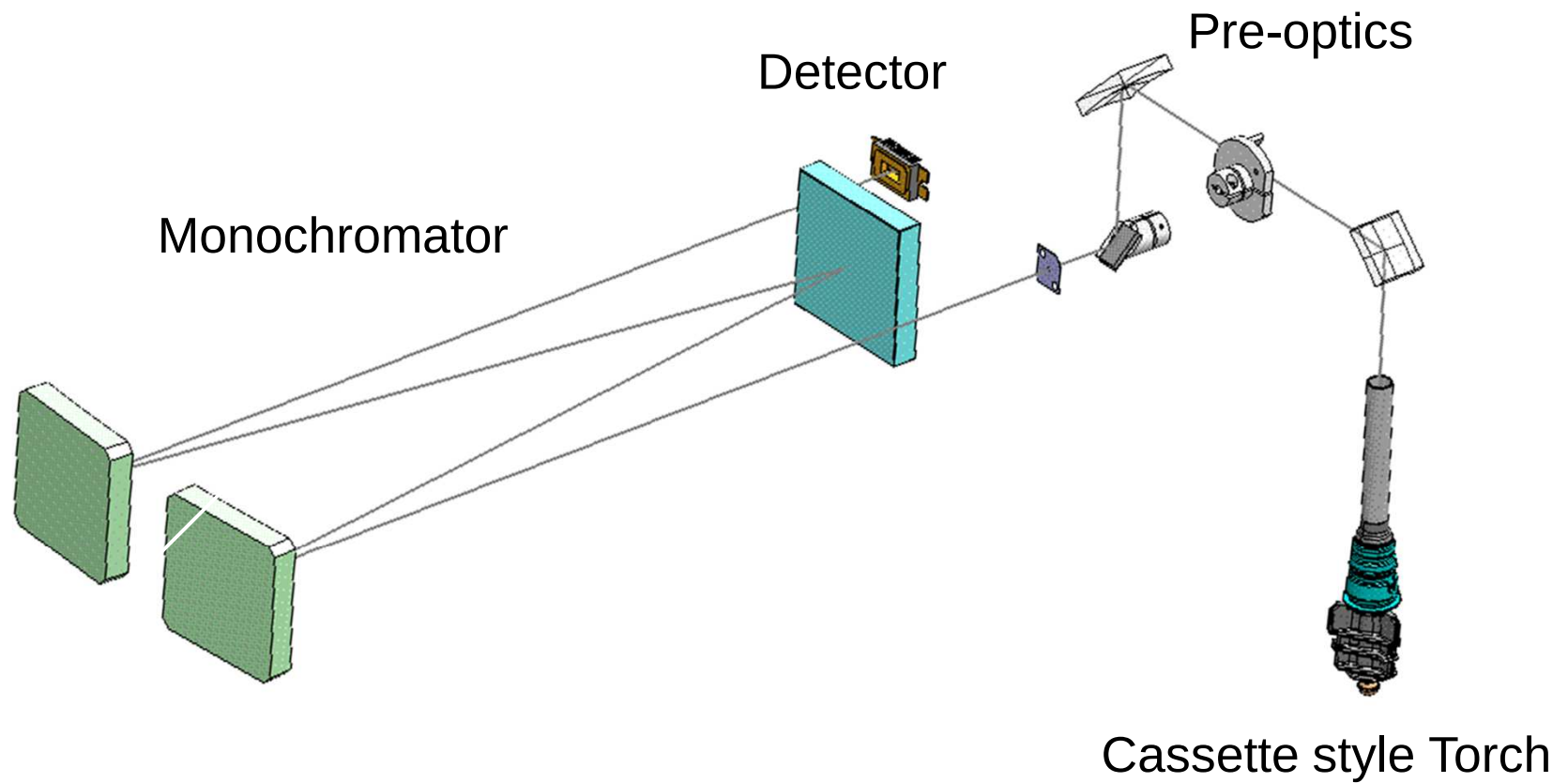
Agilent Technologies

Gerador de Nitrogênio



Agilent Technologies

Diagrama ótico



Maior Performance

Expansão no Range de Aplicações

Aumento na capacidade TDS, capacidade para expandir o range de aplicações.

3% TDS (Teor de Sólidos Dissolvidos) – amostras geológicas sintéticas com elevados teores de Na, K, Ca e Mg)

Mais aplicações podem ser feitas em todos os segmentos de mercado que o MP-AES opera atualmente.

Longevidade da tocha



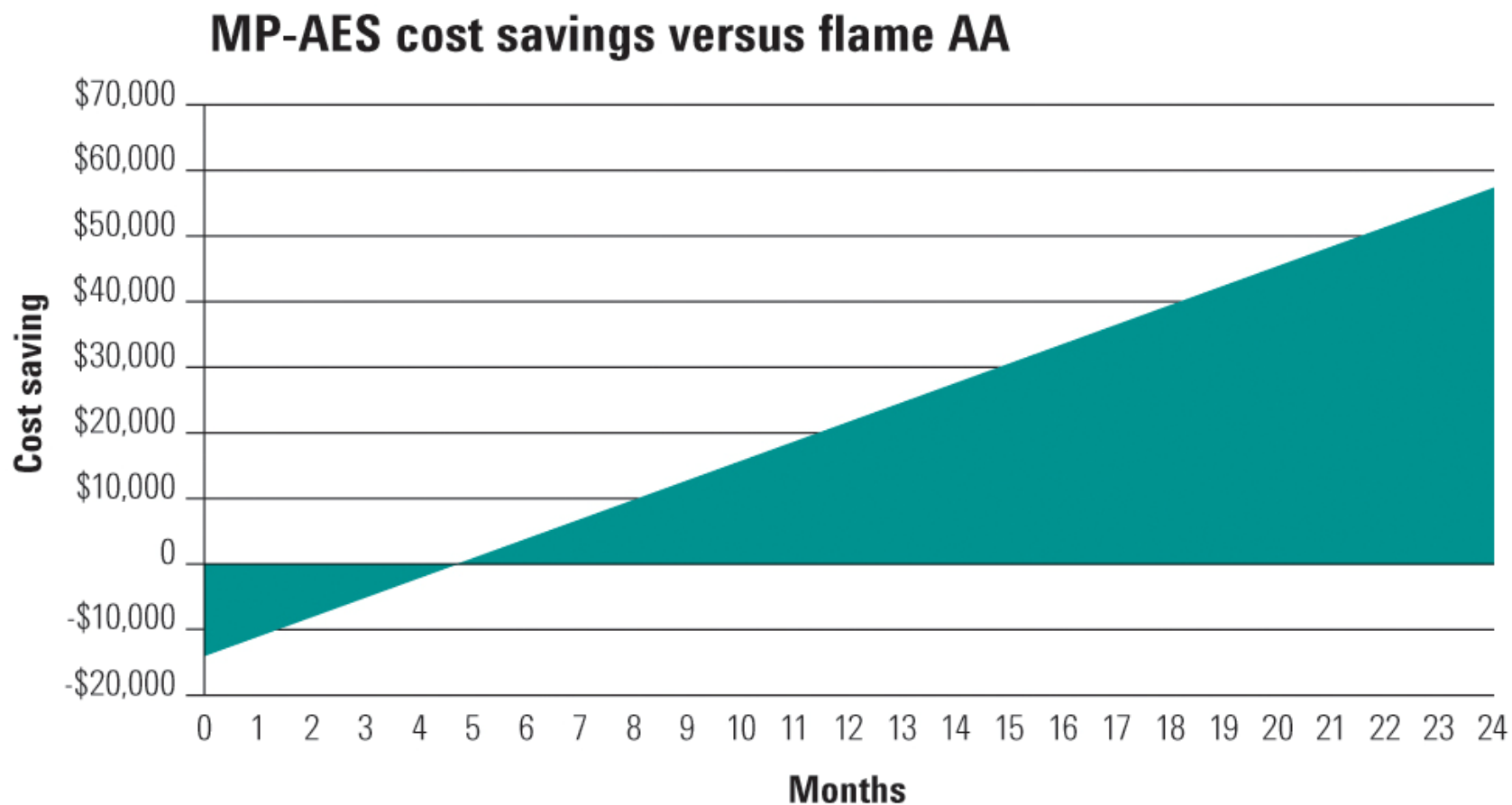
Performance – Limites de detecção típicos

LD's em ppb, amostras de águas

Elemento	Chama	4200 MP-AES	Elemento	Chama	4200 MP-AES
K	0.8	0.65	As*	60	57
Ca	0.4	0.04	Cd	1.5	1.4
Mg	0.3	0.09	Cr	5	0.3
Na	0.3	0.12	Mn	1.0	1.05
Au	5	2.1	Pb	14	2.5
Pt	76	6.1	Sb	37	12
Pd	15	1.6	Se*	500	77
Ag	1.7	1.2	Zn	1.6	3.1
Rh	4	0.5	P	26000	10

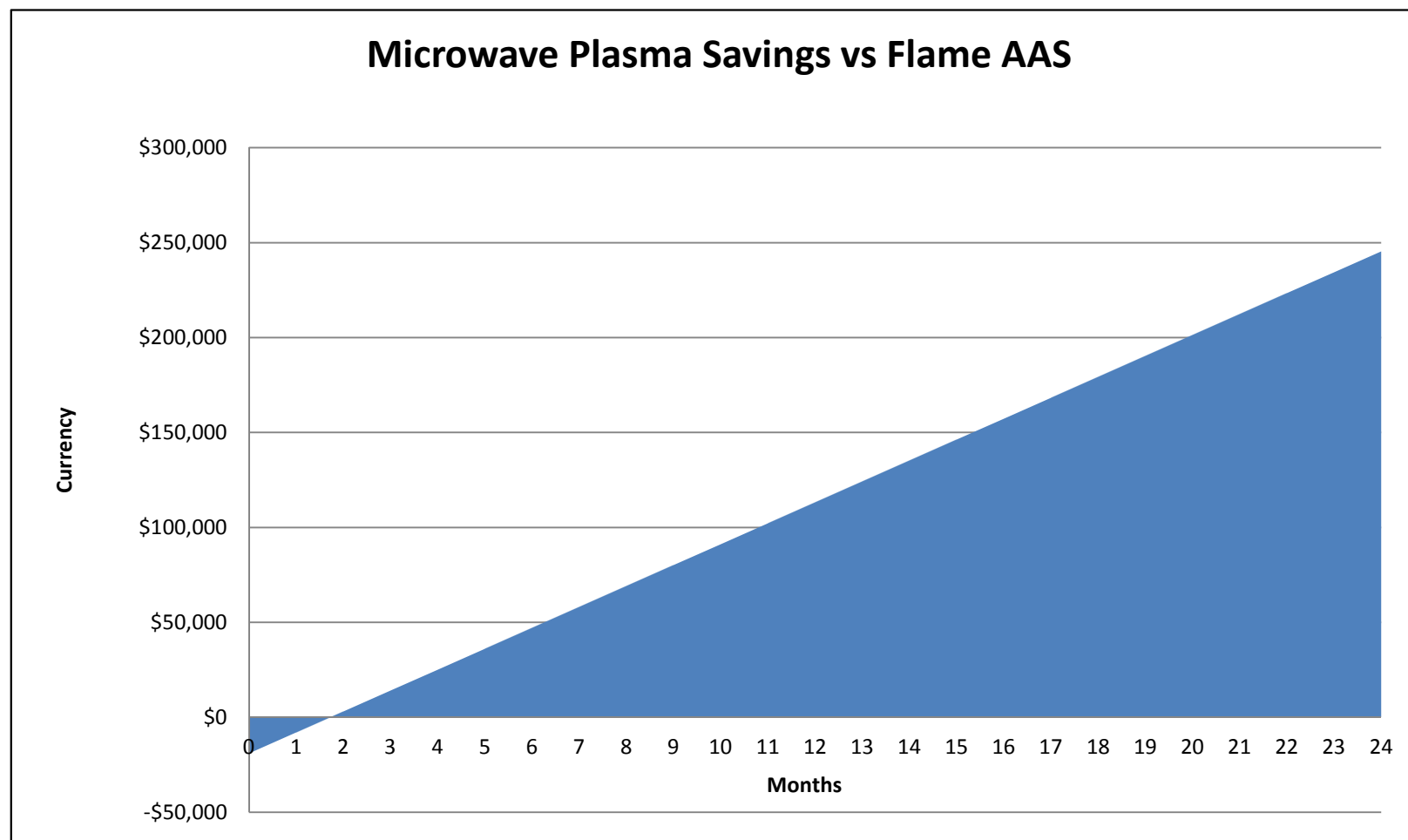
***3 sigma DLs usando 10 segundos de tempode integração com
cilindro de nitrogênio***

Custo operacional



Assumindo a medida de 9 elementos (4 usando N₂O) em lotes de 100 amostras 3 dias / semana. MP-AES usando gerador de N₂.

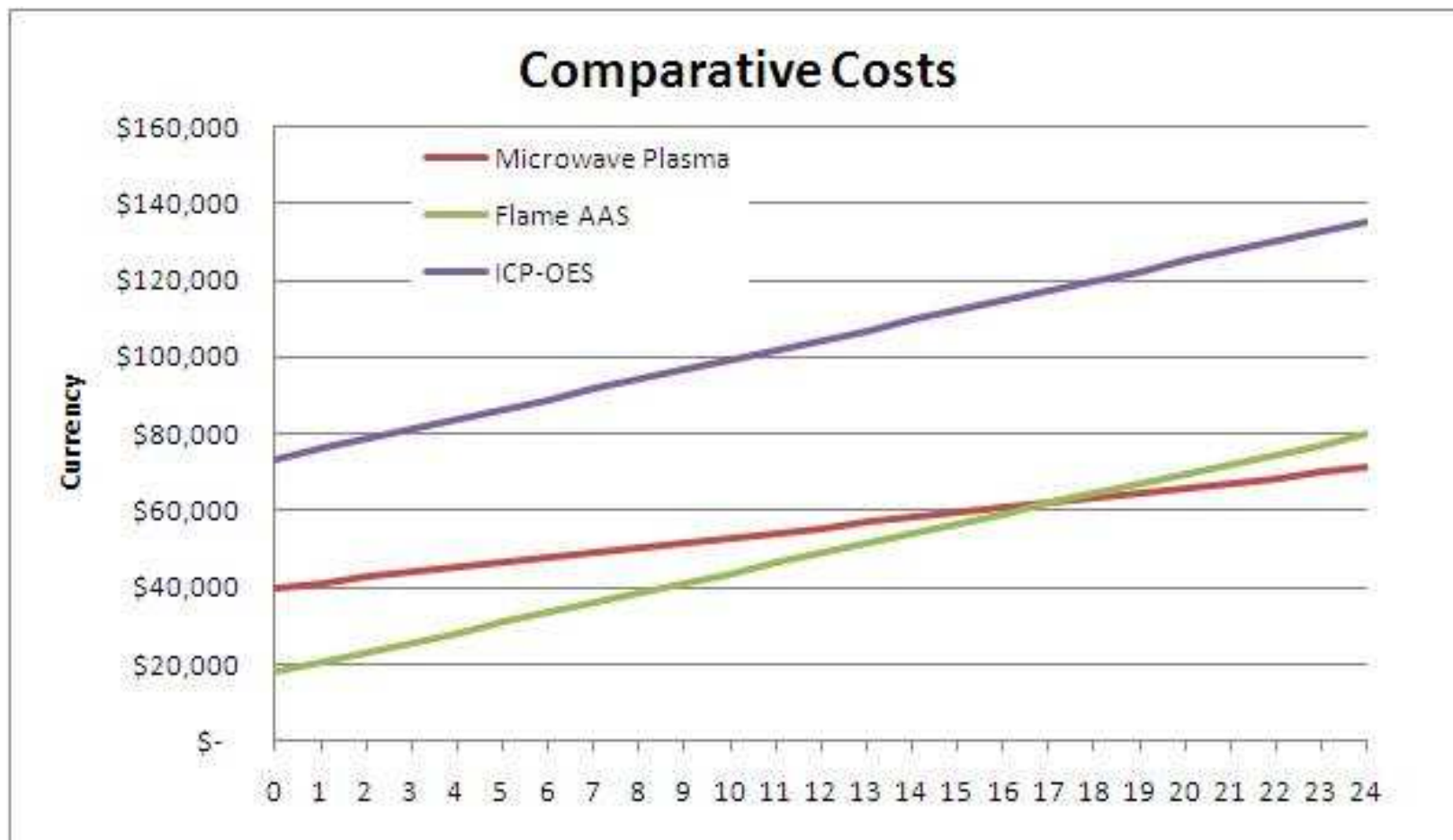
Custo Operacional – 1 Elemento, 1000 samples



Assumindo a análise de 1 elemento, 1000 amostras/semana, usando gerador.



Baixo custo de operação



Assumindo 100 amostras com 7 elementos nos 7 dias/semana usando gerador de N₂,



Confira você mesmo a sua economia em nosso site

☒ US Dollars (\$)
 ☐ 1 \$ = 0.764
 EUR

Your analysis details

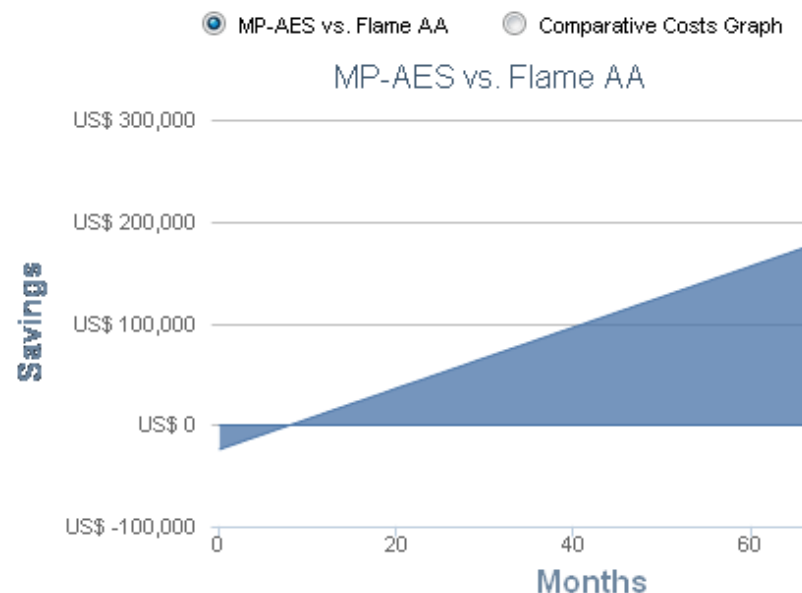
Replacing your flame AA with an Agilent 4100 MP-AES can realize significant savings. Simply input your typical analysis details to see how quickly you can start saving with an Agilent 4100 MP-AES.

Select country: US ⓘ

Average no. of samples per week:

Average no. of elements per analysis:

Savings/Costs Term (months): ⓘ



Estimator Information

This estimator provides a cost savings comparison between the Agilent 4100 MP-AES and flame AA.

Assumptions

- MP-AES includes instrument, autosampler, nitrogen generator, air

Total Flame AA costs at 84 months

US\$ 325,580

Total MP-AES costs at 84 months

US\$ 96,980

Total MP-AES savings at 84 months

US\$ 228,600

<http://www.chem.agilent.com/en-US/products-services/InstrumentSystems/Atomic-Spectroscopy/Pages/mpaes-estimator.aspx>

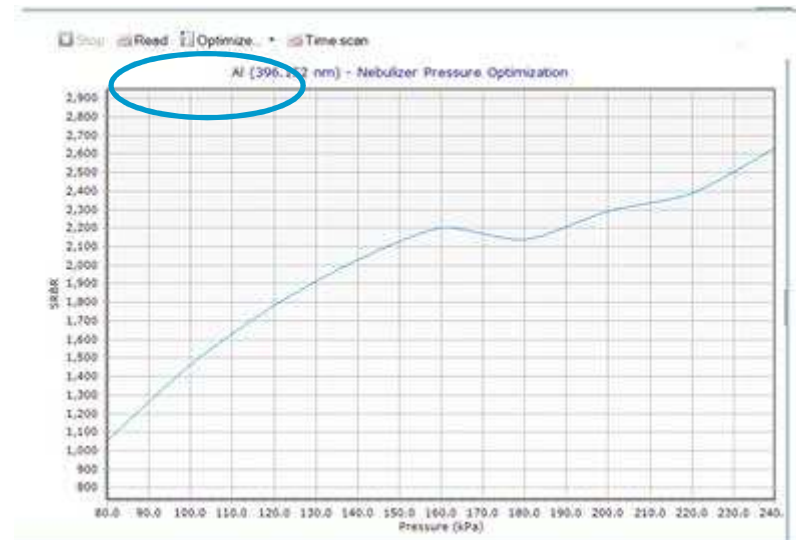


Agilent Technologies

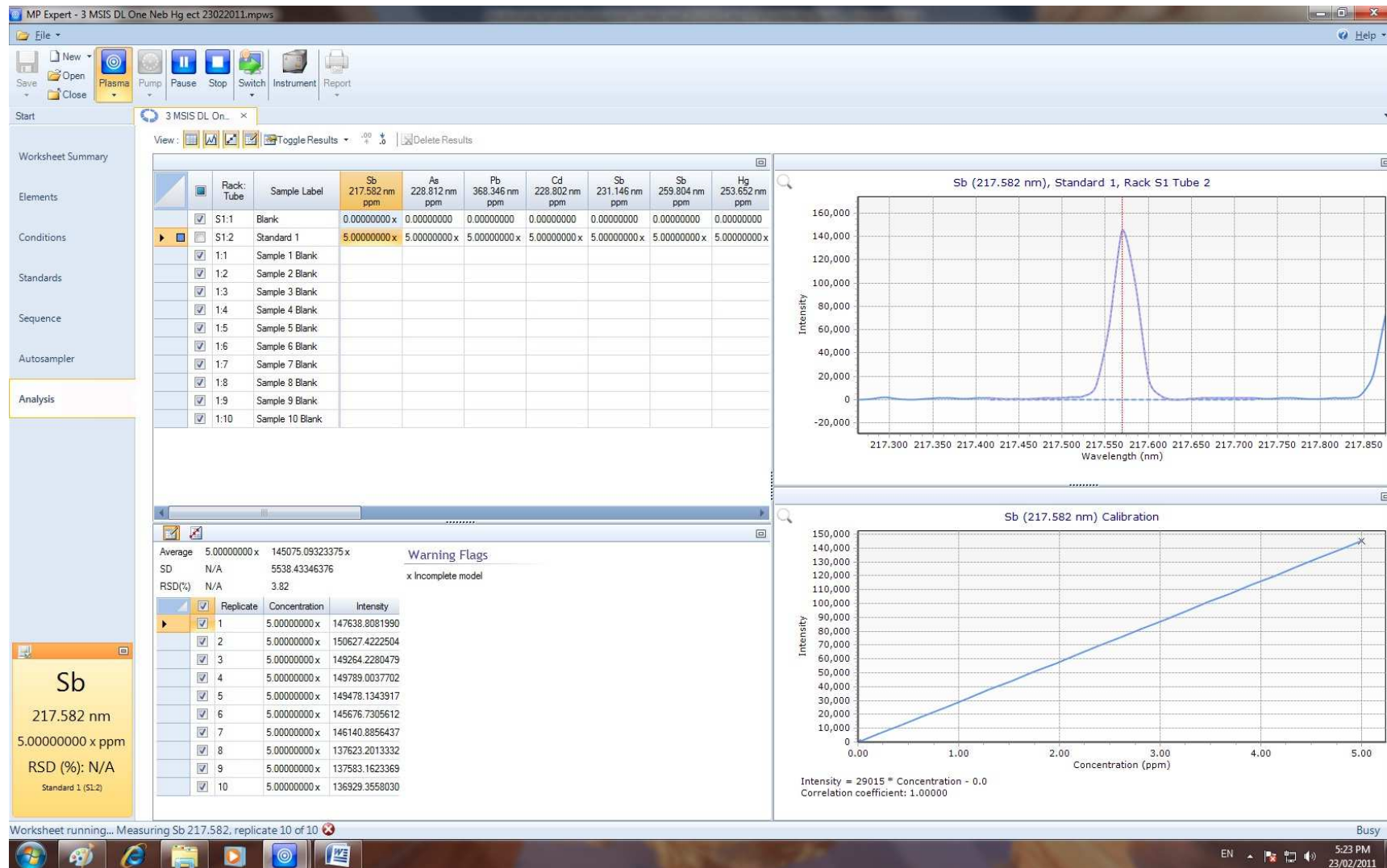
April 29, 2015

Software MP Expert

- Sistema operacional Windows 7
- Inclui interfaces de rotina e avançadas
- Simples uso do corretor de background
- “Help” com muitas dicas
- Ferramenta para otimização automática dos parâmetros do instrumento
- Ferramenta para corrigir sobreposição parcial de picos
- Multical



Software MP Expert



Instalação simples da tocha – Sem Alinhamento

Torch installation in three easy steps

1 Open the torch loader



2 Insert the torch



3 Close the torch loader



Sistema de Introdução de Amostras de fácil manuseio

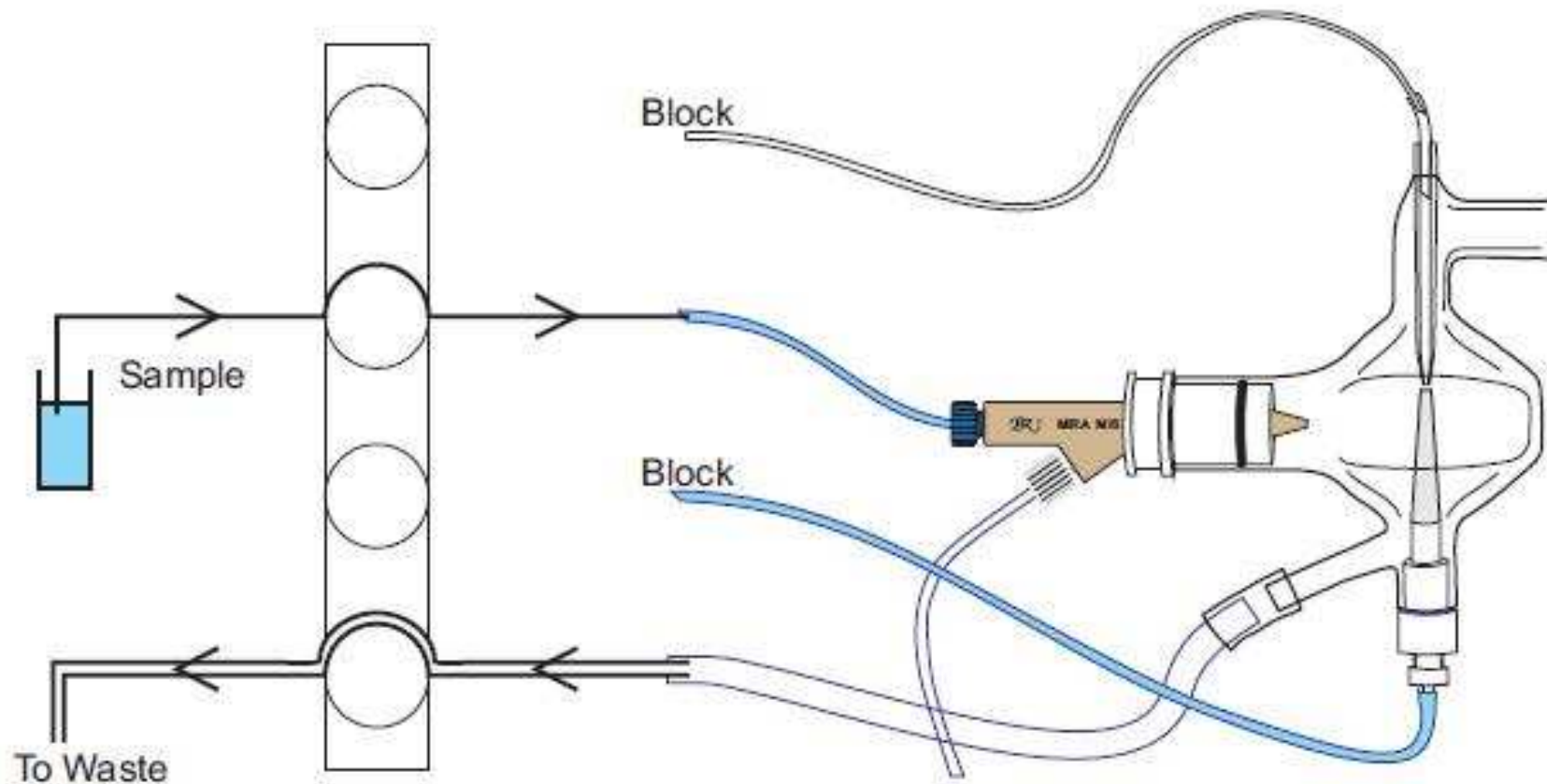


Agilent Technologies

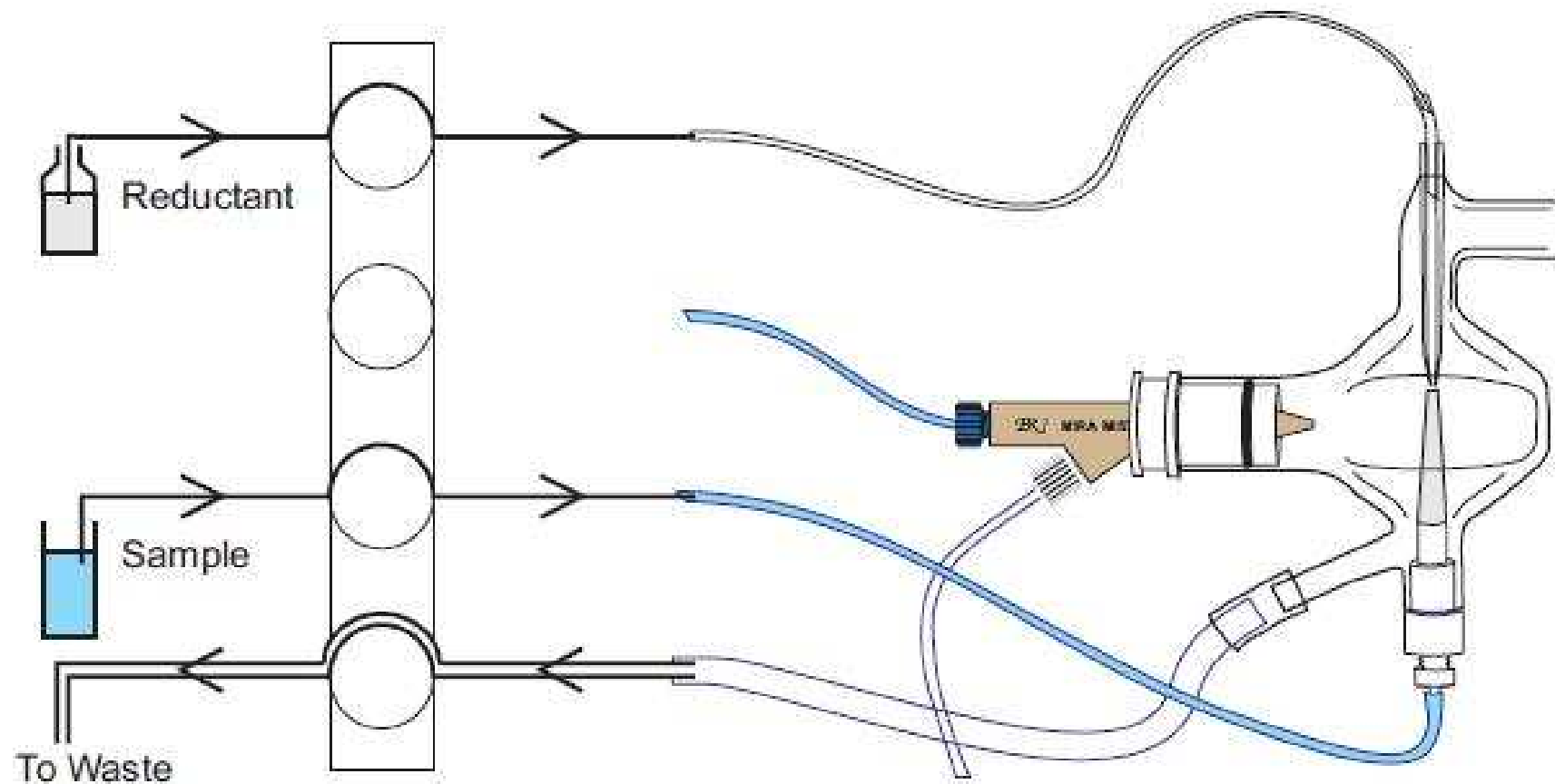
Análise de Mercúrio, Arsênio e outros hidretos On-Line



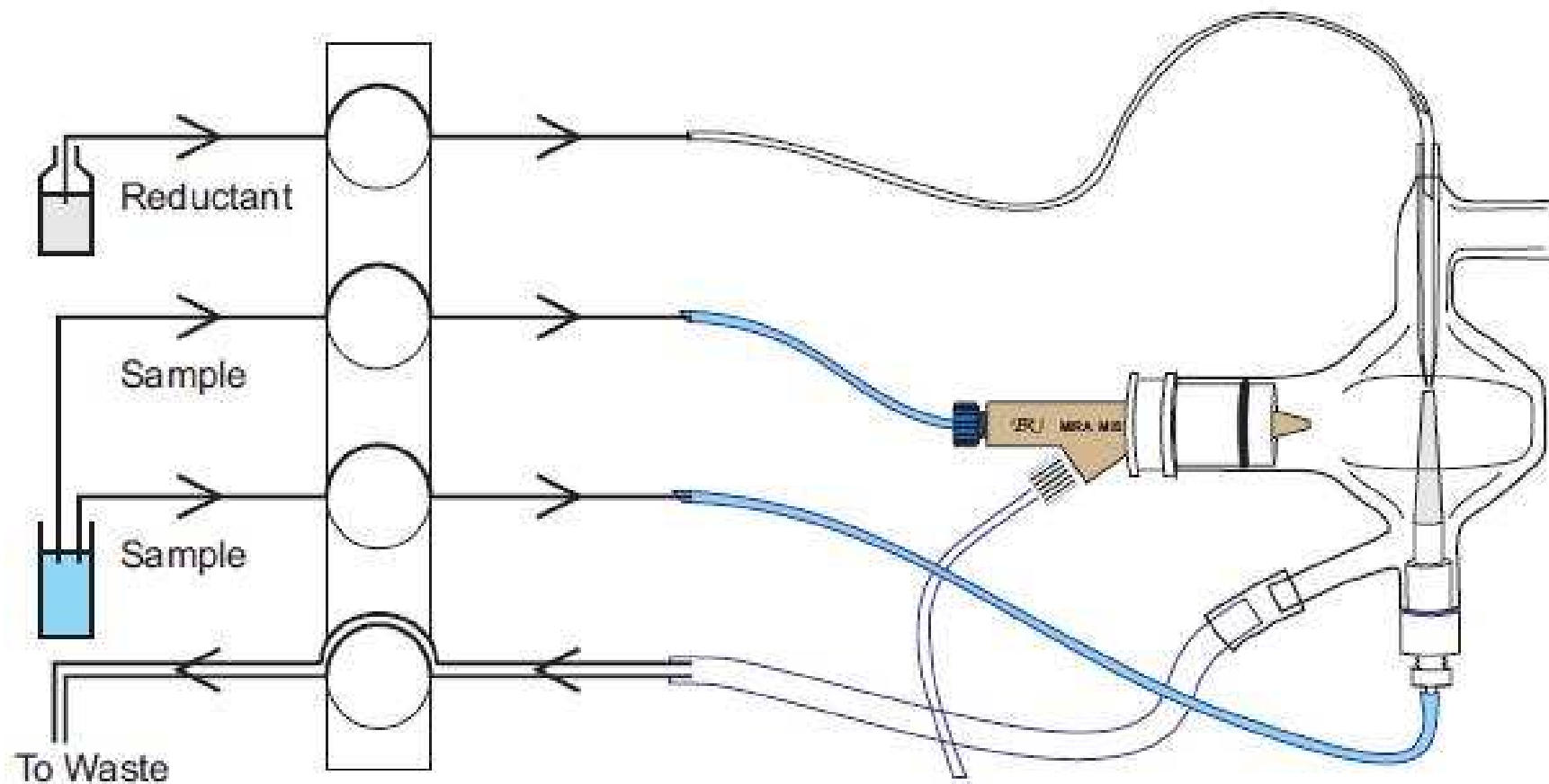
Modo de Nebulização



Modo de Geração de Hidretos / Vapor



Modo Duplo



[vídeo](#)

Típicos LD's (ppb)

Analito	Modo Neb	Modo Duplo
As	90	1.0
Se	126	2.0
Hg	14	0.5



Novidades do 4200

Tocha

- Moldagem azul (para diferenciar do 4100)
- Espaço otimizado entre tubo intermediário e externo

Mudança de Performance:

Resulta no melhor resfriamento da parede de quartzo externa diminuindo a devitrificação

Átomos/Ions são mantidos melhor dentro do plasma



Novidades no 4200

Sistema de Introdução de Amostra Padrão

- Câmara ciclônica de duplo passo, nebulizador OneNeb, tubos para bomba peristáltica laranja/Verde e tocha com novo design;

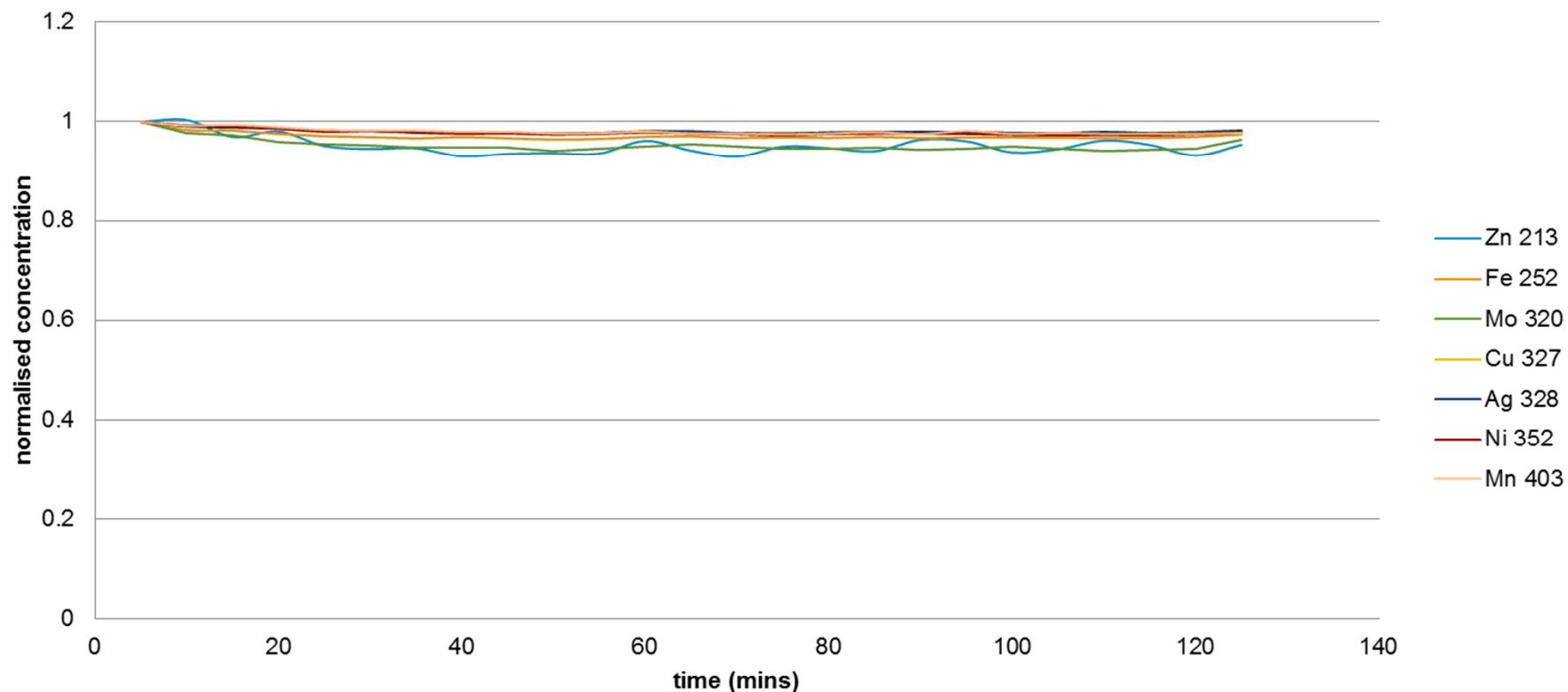


Mudanças na Performance :

Capacidade para analisar os mais diferentes tipos de amostra com alto teor de sólidos à orgânicos.

Tempo de Estabilidade com 10.000 ppm Na+K+Ca+Mg

**Longo tempo de estabilidade 10.000 ppm Na+K+Ca+Mg
(com sal de nitrato $\approx 3.6\%$ TDS)**



Comparação da Performance Analítica com AAS

- Analisando 10000 ppm Ca+Na+K+Mg (3.6%w/v) o queimador começa a ficar obstruído em <5 mins. (condições padrão do AA).
- Se o AA é ajustado para trabalhar com alta concentração de sólidos (baixo carregamento de amostra) para prevenir o bloqueio do queimador, o AA irá sofrer perda de sensibilidade.
- Se o queimador do AA não ficar obstruído, ainda precisará de um supressor de ionização, e mudança do queimador dependendo dos elementos que serão analisados.

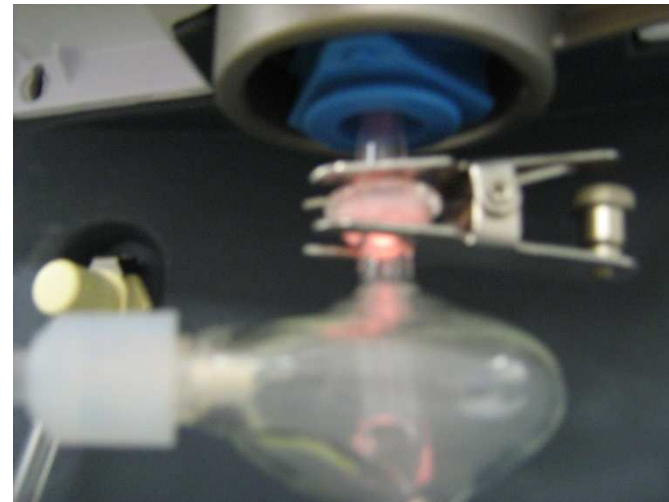
Qual é o máximo %TDS que pode ser usada no 4200 MP-AES?

- 4200 apresenta uma melhora na performance com amostras de matrizes complexas.
- Os parâmetros do método são importantes para a performance analítica.
- Excelente recuperação foi obtida com 1.8% TDS Boa recuperação foi obtida com at 3.6% TDS
- A performance analítica depende do carregamento da amostra no plasma.
- Cada amostra tem uma matriz única, o valor absoluto da %TDS não pode ser declarada, isto depende dos constituintes da matriz.

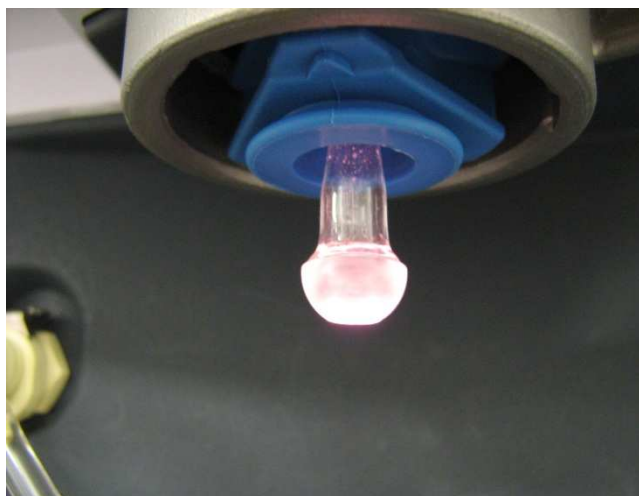
Demonstração da Robustez do Sistema



Plasma Desligado



Plasma Ligado



Plasma ainda ligado



Plasma ainda ligado

vídeo



Nota de aplicação Agricultura

Determinação de metais em solo por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido por microondas empregando extração com DTPA

Agilent 4100 MP-AES

Marília S. Teodoro¹, Daniela Schiavo², Mônica Ferreira Abreu¹

¹Agronomic Institute of Campinas, IAC, Campinas, SP, Brazil

²Agilent Technologies, São Paulo, SP, Brazil

Publication number: 5991-2961EN

Publication date: August 2013



Agilent Technologies



Determinação de metais em solo por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido por microondas empregando extração com DTPA

Nota de aplicação

Agricultura

Autores

Marília S. Teodoro¹, Daniela Schiavo², Mônica Ferreira Abreu¹

¹Instituto Agronômico de Campinas, IAC, Campinas, SP, Brasil

²Agilent Technologies, São Paulo, SP, Brazil



Resumo

- Usando o Agilent 4100 MP-AES, amostras de solo foram analisadas para determinação de metais
- A extração de metais foi realizada usando uma extração com uma mistura contendo dietileno-ácido penta aminha (DTPA)
- Concentrações de Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb e Zn foram quantificadas
- O sistema de introdução de amostra e o software do MP Expert software foram otimizados para minimizar interferências de matriz
- Limites de detecção foram entre 0.4–103.0 µg/L
- Reprodutibilidade foi verificada comparando diferentes técnicas analíticas, tais como, absorção atômica modo chama (FAAS), e espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES)

Desafio

Agilent MP-AES é a solução

Desafio

- Determinação de concentração de metais em solo é extremamente importante para evitar o acúmulo de para concentrações tóxicas.
- AAS ou ICP-OES são comumente utilizados
- Segurança, baixo custo são necessários para análises rápidas



Solução

- Agilent MP-AES, oferece:
- Superior estabilidade e performance quando combinado com o nebulizador OneNeb nebulizer
- Redução dos custos operacionais e de manutenção
- Resultados precisos para amostras de solo



Introdução

Determinação de metais em solo



Metais
introduzido no
cultivo

- Prática padrões na agricultura
- Efluentes e esgoto doméstico
- Uso indiscriminado de pesticidas e fertilizantes
- Descarte de resíduos sólidos

Concentração
de metais em
solo é
extremamente
importante

- a falta de nutrientes pode comprometer o cultivo
- Possíveis entrada de elementos tóxicos na cadeia alimentar

Extração
DTPA

- Metais “livres” em solução para complexar com o agente quelante para criar um complexo solúvel
- Método padrão para a extração de micronutrientes em solo

Introdução

Determinação de metais em solo

A nota de aplicação descreve um procedimento de preparo de amostra convencional (extração com DTPA) para a determinação de micronutrientes em solo usando o Agilent MP-AES.

- O plasma com nitrogênio fornece uma redução nos custos de manutenção e de operação do instrumento.
- Um compressor de ar é usado para alimentar o gerador de nitrogênio, o qual produz o nitrogênio para o plasma. Não é necessária outra fonte de gás.
- O instrumento produz uma plasma estável e robusto usando uma energia de microondas acoplada magneticamente.
- O sistema de introdução de amostra com o nebulizador oneneb é usado pois produz um aerossol com excelente precisão para amostras de solo preparadas com DTPA.



Experimental

Instrumentação

Instrument: Agilent 4100 MP-AES

Sample introduction system: a single-pass glass cyclonic spray chamber and the OneNeb nebulizer

Software: Agilent MP Expert software

- Automatically subtracts the background signal from the analytical signal
- Optimizes the nebulization pressure and the viewing position for each analyte



Experimental

Instrumentação

Condições de operação do instrumento

Table 1. Parâmetros do instrumento para o Agilent MP-AES para análise de solos com DTPA

Parâmetros do instrumento	Condições de operação
Nebulizador	OneNeb – Inerte
Câmara de nebulização	Ciclônica – simples passo
Tempo de leitura (s)	2
Número de réplicas	3
Tempo de estabilização (s)	10
Correção de background	Auto



Experimental

Curvas de calibração para Cu, Fe, Mn e Zn

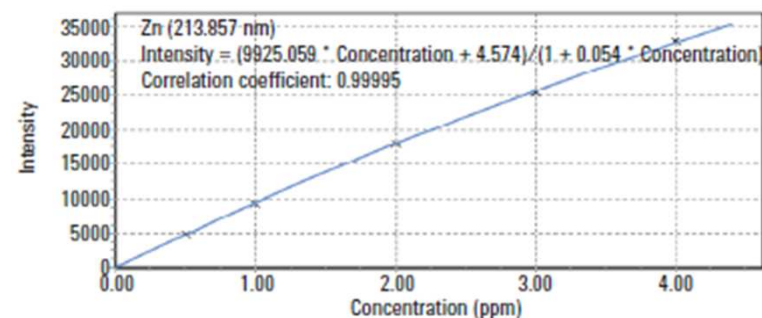
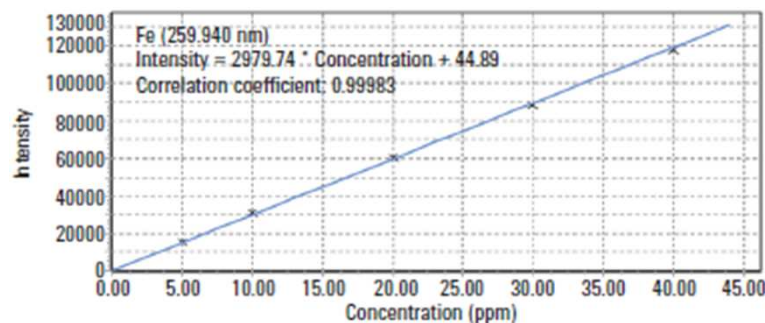
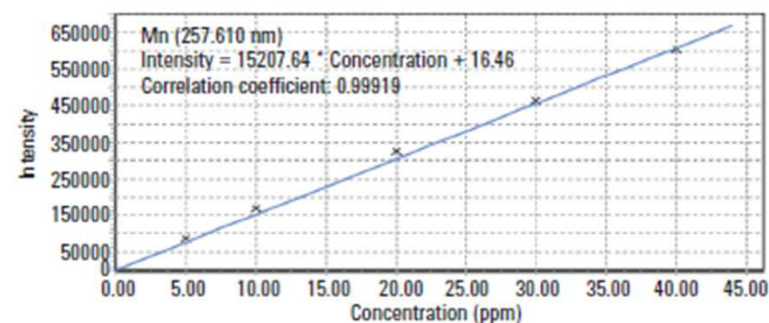
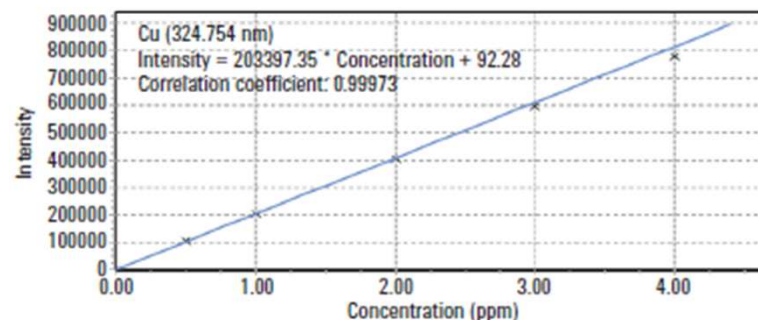


Figura 1. Curva de calibração obtida para Cu, Fe, Mn e Zn por MP-AES.

- Cu, Mn e Fe tem excelente linearidade com coeficiente de correlação > 0.999
- Zn utiliza função de primeira ordem com coeficiente de correlação de 0.99995

Resultados

Limites de detecção e quantificação

	MP-AES		FAAS	
Elemento	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)
Cd	3.3	10.9	17.0	56.6
Cr	0.4	1.4	*	*
Cu	2.8	9.3	40.0	133.2
Fe	8.6	28.6	250.0	832.5
Mn	3.1	10.4	5.0	16.6
Pb	103.0	343.1	*	*
Zn	30.2	100.4	15.0	49.9

Limites de detecção para Cd, Cu e Fe foram 5, 14 e 29 vezes melhor que o FAAS, respectivamente

*LOD para Cr e Pb por FAAS não foram calculadas

Resultados

Frequência Analítica

- O MP AES é especialmente vantajoso quando comparado a métodos convencionais com o absorção atômica modo chama (FAAS) pois não requer a utilização de cilindro (acetileno e/ou óxido nitroso).
- O modo manual de leitura do MP AES variou de 40–60 s para 7 elementos.
 - Comparado com o ICP OES, o MP AES não requer alto consumo de argônio minimizando custos.



Resultados

Repetibilidade do método de extração

- Para avaliar a repetibilidade do método de extração, todos os elementos foram determinados por MP AES, FAAS and ICP OES (Tabelas 4–8)
 - Concentrações de Cd e Cr nas amostras estão abaixo do limite de detecção obtidos
 - Devido ao nível de concentração de Pb nas amostras, o estudo comparativo foi realizado somente com o MP AES e ICP OES e não o FAAS



Resultados

Determinação de Cu nas amostras de solo

Tabela 4. Determinação de Cu em amostras de solo usando DTPA por MP-AES, FAAS e ICP-OES (n = 3)

mg/L						
Cu	MP-AES		ICP-OES		FAAS	
Amostras	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)
1	0.28 ± 0.01	3.57	0.250 ± 0.005	2.00	0.32 ± 0.01	3.12
2	1.17 ± 0.02	1.70	1.23 ± 0.02	1.62	1.21 ± 0.08	6.61
3	0.98 ± 0.02	2.04	1.09 ± 0.02	1.83	1.12 ± 0.05	4.46
4	1.65 ± 0.03	1.81	1.75 ± 0.02	1.14	1.70 ± 0.05	2.94
5	2.03 ± 0.04	1.97	2.23 ± 0.04	1.79	2.29 ± 0.16	6.98
6	0.27 ± 0.01	3.70	0.29 ± 0.01	3.44	0.38 ± 0.05	13.15
7	1.12 ± 0.02	1.78	1.24 ± 0.01	0.80	1.28 ± 0.01	0.78

Resultados

Determinação de Fe em amostras de solo

Tabela 5. Determinação de Fe em amostras de solo usando DTPA por MP-AES, FAAS e ICP-OES (n = 3)

mg/L						
Fe	MP-AES		ICP-OES		FAAS	
Amostras	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)
1	5.83 ± 0.28	4.80	6.45 ± 0.09	1.39	6.42 ± 0.92	14.33
2	3.42 ± 0.02	0.58	3.93 ± 0.08	2.03	3.67 ± 0.27	7.35
3	17.44 ± 0.59	3.38	19.22 ± 0.35	1.82	18.03 ± 1.29	7.15
4	4.49 ± 0.15	3.34	4.79 ± 0.07	1.46	4.29 ± 0.17	3.96
5	2.35 ± 0.15	6.38	2.19 ± 0.07	3.19	3.25 ± 1.94	59.69
6	6.23 ± 0.28	4.49	7.10 ± 0.15	2.11	6.31 ± 1.12	17.74
7	2.85 ± 0.05	1.75	2.93 ± 0.04	1.36	2.72 ± 0.20	7.35

Resultados

Determinação de Mn em amostras de solo

Tabela 6. Determinação de Mn em amostras de solo usando DTPA por MP-AES, FAAS e ICP-OES (n = 3)

mg/L						
Mn	MP-AES		ICP-OES		FAAS	
Amostras	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)
1	50.73 ± 0.41	0.80	50.91 ± 1.06	2.08	51.67 ± 0.28	0.54
2	14.04 ± 0.36	2.56	16.11 ± 0.08	0.49	17.12 ± 1.34	7.82
3	5.90 ± 0.05	0.84	5.89 ± 0.19	3.22	6.27 ± 0.28	4.46
4	4.40 ± 0.16	3.63	4.57 ± 0.06	1.31	4.81 ± 0.27	5.61
5	0.88 ± 0.07	7.95	0.91 ± 0.01	1.09	1.00 ± 0.25	25
6	22.48 ± 0.98	4.35	25.96 ± 0.69	2.65	24.82 ± 1.54	6.20
7	8.30 ± 0.16	1.92	8.94 ± 0.14	1.56	9.07 ± 0.35	3.85

Resultados

Determinação de Pb em amostras de solo

Tabela 7. Determinação de Pb em amostras de solo usando DTPA por MP-AES e ICP-OES (n = 3)

mg/L				
Pb	MP-AES		ICP-OES	
Amostras	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)
1	< LD	-	< LD	-
2	0.54 ± 0.02	3.70	0.49 ± 0.005	1.02
3	0.62 ± 0.006	0.96	0.78 ± 0.04	5.12
4	0.13 ± 0.01	7.69	0.13 ± 0.02	15.38
5	0.17 ± 0.01	5.88	0.20 ± 0.006	3.0
6	0.23 ± 0.03	13	0.28 ± 0.005	1.78
7	0.37 ± 0.01	2.70	0.36 ± 0.004	1.11

Resultados

Determinação de Zn em amostras de solo

Tabela 8. Determinação de Zn em amostras de solos usando DTPA por MP-AES, FAAS e ICP-OES (n = 3)

mg/L						
Zn	MP-AES		ICP-OES		FAAS	
Amostras	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)	Resultados	R.S.D. (%)
1	0.22 ± 0.008	3.63	0.21 ± 0.01	4.76	0.28 ± 0.01	3.57
2	0.70 ± 0.02	2.85	0.79 ± 0.02	2.53	0.79 ± 0.08	10.12
3	0.26 ± 0.006	2.30	0.26 ± 0.02	7.69	0.30 ± 0.04	13.33
4	0.43 ± 0.01	2.32	0.48 ± 0.01	2.08	0.63 ± 0.05	7.93
5	0.39 ± 0.02	5.12	0.42 ± 0.05	11.90	0.56 ± 0.02	3.57
6	0.64 ± 0.05	7.81	0.77 ± 0.04	5.19	0.50 ± 0.02	4.00
7	0.34 ± 0.02	5.88	0.34 ± 0.005	1.47	0.49 ± 0.02	4.08

Análise Estatística

Média para Cu, Fe, Mn, Pb e Zn em amostras de solo

- Análise de Variância mostrou que a determinação em diferentes instrumentos tiveram concordância no nível de 95% de confiança ($\alpha = 0.05$).
- Teste Tukey a nível de 95% de confiança ($\alpha = 0.05$) foi utilizado para avaliar as diferenças significantes para a determinação de micronutrientes (Cu, Fe, Mn e Zn) por DTPA com diferentes instrumentos.

	Cu	Fe	Mn	Pb	Zn
Instrumento	¹ Média	¹ Média	¹ Média	¹ Média	¹ Média
MP AES	2.60a (0.44)	23.81a (8.44)	18.98a (4.76)	0.67a (0.10)	0.78a (0.09)
ICP OES	2.94a (0.44)	28.30a (8.44)	19.53a (4.76)	0.86a (0.10)	0.86a (0.09)
FAAS	2.96a (0.44)	29.42a (8.44)	20.58a (4.76)	-	0.96a (0.09)

1 – Média seguida com a letra 'a' na coluna significa que não houve diferença significativa entre os resultados

Conclusão

O Agilent MP-AES com nebulizador OneNeb é uma solução simples, efetiva e precisa para a determinação de metais em solo empregando extração com o DTPA.

O MP-AES oferece:

- Baixo custo de operação e manutenção eliminando a necessidade de acetileno, argônio, óxido nitroso
- Limites de detecção melhor que o FAAS e comparável com o ICP OES radial

Os resultados dos testes estatísticos indicaram que o Agilent MP-AES é uma técnica aplicável para a determinação de metais em solo usando o método com extração com o DTPA.



Determinação de elementos majoritários em suco de frutas usando o Agilent 4200 MP-AES com gerador de nitrogênio

Alimentos

Phuong Truong, John Cauduro
Agilent Technologies, Australia

Publication number: 5991-3613EN

Publication date: December 2013

Elementos majoritários em sucos

- Suco sem diluição apresenta 11% TDS (principalmente açúcares) com um range de elementos majoritários de 20 ppm (Na) à 1100 ppm (K)
 - Diluindo 20x e acidificando com 5% HNO₃. (0.6%TDS)
 - Diluição requerida devido alto nível de açúcar que entope lentamente os componentes do sistema de introdução de amostras.
 - A faixa de trabalho para os elementos majoritários para o MP-AES em uma diluição de 20 x foi de 1- 55 ppm.
- Preparação de amostra mais fácil quando comparado com AAS.
 - Diluição reduzida
 - Não requer adição de supressor de ionização

Elementos majoritários em sucos

Suco de maça T0840QC	Valor certificado (mg/L)		Determinado (mg/L)	Rec. (%)
	Valor de referência	Faixa aceitável		
Mg	49.0	40.3 – 57.8	49.9 ± 0.6	101.9
Na	21.2	16.9 – 25.4	22.2 ± 0.5	104.7
K	1044	926 -1161	1039 ± 29.7	99.5

Grapefruit Juice T0842QC	Certified Value (mg/L)		Determinado (mg/L)	Rec. (%)
	Valor de referência	Faixa aceitável		
Ca	145.6	123.6 – 167.6	158.3 ± 3.2	108.7
Mg	92.5	77.5 – 107.4	91.1 ± 0.6	98.5
K	1102	979 – 1225	1100 ± 14.7	99.8



Comparação da Performance com AA

- 10.000 ppm Ca+Na+K+Mg (>3% w/v) o queimador Ar/C₂H₂ fica obstruído em <10 mins o que causa uma flutuação no sinal. (Em condições padrões do AA)
- O Absorção Atômica, necessita da adição de um supressor de ionização e mudança do queimador dependendo do elemento que será analisado.

Elemento	MP-AES Faixa de concentração (mg/L)	Coeficiente de correlação no MP-AES	AAS Faixa de concentração (mg/L)
Ca 422.673	0 – 20	0.99990	0.01 - 3
Mg 518.360 *	0 – 100	0.99988	0.15 - 20
Na 589.592	0 – 20	0.99996	0.01 – 2.0
K 769.897	0 – 100	0.99968	1 – 6.0

Suco de Maça e Uva comparando com AA

No Absorção Atômica, o reduzido LDR (Range Linear Dinâmico) significa que a amostra precisa ser mais diluída quando comparado com o MP-AES

No Absorção Atômica, tendo que rodar Ca e Mg na mesma amostra significa 2 queimadores diferentes e 3 diferentes gases.

No Absorção Atômica, elementos facilmente ionizáveis como Na e K necessitam de supressor para serem determinados, isto será necessário em cada amostra e padrão.

CONCLUSÃO:

O uso do MP-AES para os elementos majoritários em suco é fácil, rápido e é feito com baixo custo operacional quando comparado com o FAAS.

Aprox US\$32,000 foram economizados/ano comparado com AAS, em 500 amostras/semana , 3 elementos.



Determinação de elementos, majoritários, e minoritários em arroz usando o Agilent 4200 MP-AES

Alimentos

John Cauduro
Agilent Technologies, Australia

Publication number: 5991-3777EN

Publication date: December 2013

Análise de elementos em arroz

Análises de elementos majoritários e minoritários em arroz são importantes no quesito de segurança alimentar, análise de nutrientes e controle de qualidade.

Espectroscopia de absorção atômica (FAAS) é adequada para essa aplicação, contudo o Agilent 4200 MP-AES supera o uso do absorção atômica modo chama.



Experimental Instrumentação

Instrumento: Agilent 4200 MP-AES com Agilent SPS 3 autosampler

Sistema de introdução de amostra: câmara de nebulização ciclônica duplo-passo e nebulizador OneNeb

Software: Agilent MP Expert software



Agilent SPS 3 autosampler



Nebulizador
OneNeb



Agilent 4200 MP-AES

4200 MP-AES

Parâmetros de operação do instrumento

Tabela. Parâmetros de operação do instrumento

Parâmetros	
Replicatas	3
Velocidade da bomba	15 rpm
Delay	30 s
Rinse time	60 s
Tempo de estabilização	10 s
Nebulizador	OneNeb
Autosampler	Agilent SPS 3
Mangueira da amostra	Laranja/verde
Mangueira de descarte	Azul/azul

Comprimento de onda e faixa de calibração

Tabela. Faixa linear de calibração

Elemento	Faixa de calibração
P 214.915	0 – 100 ppm
Cd 228.802	0 – 1.0 ppm
Mg 280.271	0 – 40 ppm
Zn 213.857	0 – 4.0 ppm
Mn 403.076	0 – 1.0 ppm
K 766.491	0 – 100 ppm
Cu 324.754	0 – 1.0 ppm
Fe 438.354	0 – 1.0 ppm
Ca 422.673	0 – 4.0 ppm



Preparação de amostra

NIES CRM 10c rice flour

- Digestão realizada no microondas Milestone Ethos usando um método indicado pelo fabricante
 - 0.5 g em 7 mL de HNO_3 e 1 mL H_2O_2
 - Após o resfriamento, o digerido foi diluído para 25 mL
 - Teor total de sólidos dissolvidos 2%
-
- Não foi necessária a utilização de modificadores químicos ou supressores de ionização

Resultados

Limites de detecção do método (MDLs)

Limites de detecção

- Tolerância a 2% de sólidos dissolvidos
- Sistema de introdução de amostra standard
- Temperatura do plasma de ~ 5000 K melhora a performance

Tabela. Agilent 4200 MP-AES, comprimentos de onda e MDL em (mg/kg na amostra)

Elemento/ Linha de emissão(nm)	Ca 422.673	Cd 228.802	Cu 324.754	Fe 438.354	K 766.491	Mg 280.271	Mn 403.076	P 214.915	Zn 213.857
MDL (mg/kg) na amostra	0.10	0.16	0.05	0.44	3.0	0.06	0.05	13	0.15

Resultados Recuperação CRM

- Determinação com exatidão
- Todos os elementos em uma única análise (determinação)

Tabela. Resultados do NIES No.10c Rice Flour. Todos os resultados em mg/kg na amostra sólida .

mg/kg na amostra sólida	Ca 422.673	Cd 228.802	Cu 324.754	Fe 438.354	K 766.491	Mg 280.271	Mn 403.076	P 214.915	Zn 213.857
Média	96.0	1.96	4.13	11.50	2700	1174	37.35	3139	22.02
SD	2.5	0.11	0.29	1.03	105	23	1.04	92	0.48
Valor CRM	95	1.82	4.1	11.4	2750	1250	40.1	3350	23.1
2SD certified	2	0.06	0.3	0.8	100	80	2.0	80	0.9
Rec. (%)	101.0	107.7	100.8	100.9	98.2	93.9	93.1	93.7	95.3

Principais Benefícios



Alta Performance

- **Alternativa Ideal para AA modo chama**
- amostras com concentrações de ppb à %

Baixo Custo de Operação

- **Movido à ar**
- Não requer lâmpadas

Análises rápidas e facilidade de uso

- Medidas sequencias rápidas
- Correção de background simultânea
- **Nova geração de software**
- Tocha de encaixe rápido

Operação Segura

- **Sem gases inflamáveis**
- Operação multi-elementar desassistida



Conclusão

Agilent 4200 MP-AES é uma tecnologia para substituir o AA modo chama

Performance

- Maior faixa linear de calibração
- Menor LD
- Redução das interferências

Custos

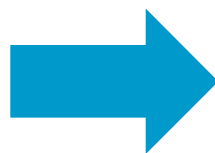
- Gerador de nitrogênio

Segurança

- Não utiliza gases inflamáveis e caros

Fácil de usar

- MP Expert software
- Simple sample prep



Agilent Technologies

Obrigado!

daniela.schiavo@agilent.com

Agilent MP-AES



The Market Leaders in Atomic Spectroscopy



Agilent Technologies