

**Relatório de Estágio
PRODEP**

Sumário	4
1 - INTRODUÇÃO	4
1.1 - Espectroscopia de emissão atómica	4
1.1.1 - Princípios da emissão atómica	4
1.1.1.1 - Generalidades	4
1.1.1.2 - O plasma	5
1.1.2 - Análises	6
1.1.2.1 - Introdução	6
1.1.2.2 - Análises qualitativas	6
1.1.2.3 - Análises quantitativas	7
1.1.2.3.1 - Interferência no espectro	8
1.1.2.3.2 - <i>Espectrómetro de Emissão Atómica por Fonte de Plasma (ICP)</i>	10
1.1.2.3.3 - Outros métodos analíticos	13
2 - DESCRIÇÃO DO APARELHO	17
2.1 - Espectrómetro de emissão por fonte de plasma (ICP)	17
2.1.1 - Unidade de análises	17
2.1.2 - Sistema de introdução de amostras	17
2.1.2.1 - Nebulizador	17
2.1.2.2 - Câmara de pulverização	20
2.1.2.3 - Tocha	21
2.1.3 - Gerador	22
2.1.4 - Sistema óptico	22
2.1.5 - Processamento de sinal	25
2.1.6 - Acessórios adicionais	26
2.1.6.1 - Bomba peristáltica	26
2.1.6.2 - Kit para "HF"	26
2.1.6.3 - Kit para óleos	27
2.1.6.4 - Gama "Hydride"	28
2.1.6.5 - Argon humidificado	30

Ana Paula F. Monteiro

66(047.3)
LEQ 2000/MONa

Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto
Departamento de Engenharia Química
Abril de 2001



Sumário	4
1 – INTRODUÇÃO	4
1.1 – Espectroscopia de emissão atômica	4
1.1.1 - Princípios da emissão atômica	4
1.1.1.1 – Generalidades	4
1.1.1.2 - O plasma	5
1.1.2 – Análises	6
1.1.2.1 - Introdução	6
1.1.2.2 - Análises qualitativas	6
1.1.2.3 - Análises quantitativas	7
1.1.2.3.1 - Interferências no espectro	8
1.1.2.3.2 - Métodos analíticos correctivas	10
1.1.2.3.3 - Outros métodos analíticos	13
2 - DESCRIÇÃO DO APARELHO	17
2.1 - Espectrômetro de emissão por fonte de plasma (ICP)	17
2.1.1 - Unidade de análises	17
2.1.2 - Sistema de introdução de amostras	17
2.1.2.1 – Nebulizador	17
2.1.2.2 - Câmara de pulverização	20
2.1.2.3 - Tocha	21
2.1.3 – Gerador	22
2.1.4 - Sistema óptico	23
2.1.5 –Processamento de sinal	25
2.1.6 – Acessórios adicionais	26
2.1.6.1 - Bomba peristáltica	26
2.1.6.2 - Kit para “HF”	26
2.1.6.3 - Kit para óleos	27
2.1.6.4 - Gerador “hydride”	29
2.1.6.5 - Árgon humidificado	30
2.1.6.6 - Mini-tocha	30
2.1.6.7 - Nebulizador ultra-sônico	30
2.1.6.8 – Sistema padrão de amostras	31

2.1.6.9 - Sistema de diluição	31
2.1.6.10 - Impressora	32
2.1.6.11 - Controlo de caudal	32
3 - COMO USAR O ICP	33
3.1 - Arranque do aparelho	33
3.2 - Configuração analítica	34
3.2.1 - Estudo teórico	34
3.2.2 - Selecção analítica das linhas (comprimentos de onda)	34
3.2.3 - Optimização dos parâmetros	35
3.2.3.1 - Potência do gerador e caudal de argon	36
3.2.3.2 - Alta voltagem do fotomultiplicador	36
3.2.3.3 - Tempo de integração	37
3.2.4 - O método	37
3.2.4.1 - Parâmetros genéricos para o método	37
3.2.4.2 - Elementos a analisar	39
3.3 - Criação do método	41
3.4 - Criação da sequência	41
4 - CONCLUSÃO	48
Apêndice I - Bibliografia	49
Apêndice II - Curvas de calibração	50
Apêndice III - Métodos	156
Apêndice IV - Sequência	183

Sumário

O âmbito deste trabalho foi o desenvolvimento e instalação de métodos de análise de ligas metálicas num espectrómetro de emissão atômica por fonte de plasma (ICP).

Foi feito o estudo, por elemento, do comportamento da concentração com a intensidade emitida, a vários comprimentos de onda típicos. – Curvas de calibração.

Foi feito o estudo das interferências no espectro, dos elementos presentes nas ligas e seleccionados os melhores comprimentos de onda para posterior elaboração dos métodos correspondentes.



Figura 1- Relações de energia

O espectro de emissão atômica é constituído por várias linhas espectrais.

O número de fótons emitidos é proporcional ao número de átomos do elemento em questão.

Para que uma amostra seja excitada, ela tem que ser atomizada, isto é, dissociada em átomos livres ou iões.

1 - INTRODUÇÃO

1.1 – ESPECTROSCOPIA DE EMISSÃO ATÓMICA

1.1.1 - Princípios da emissão atómica

1.1.1.1 - Generalidades

Qualquer átomo tem um número elevado de possíveis níveis de energia.

Um espectro de emissão atómica é o resultado da transição electrónica de um átomo, de um estado de energia elevado para um de mais baixa energia. É a mecânica quântica que dá a selecção de linhas das possíveis transições electrónicas.

Uma determinada quantidade de energia, Q , é transferida para um átomo quando este colide com outras partículas. O átomo fica excitado, e o electrão da sua camada externa salta para um nível mais alto de energia. Posteriormente a essa excitação o electrão retorna em um ou mais passos ao seu estado de energia original.

A técnica de emissão atómica mede a perda de energia envolvida pelo átomo, quando este passa de um estado de excitação de mais alta energia para um estado de mais baixa energia.

A energia é libertada sob a forma de radiação luminosa de comprimento de onda, ou mais especificamente como fóton.

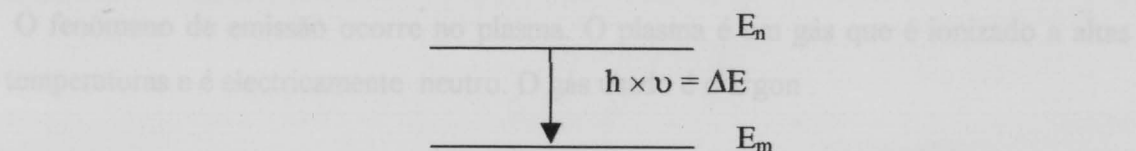


Figura 1- Relações de energia.

O espectro de emissão atómica é constituído por várias *linhas espectrais*.

O número de fótons emitidos é proporcional ao número de átomos do elemento em questão.

Para que uma amostra seja excitada, ela tem que ser atomizada”, isto é, dissociada em átomos livres ou iões.

Para uma amostra líquida, o processo de atomização pode ser representado da seguinte forma:

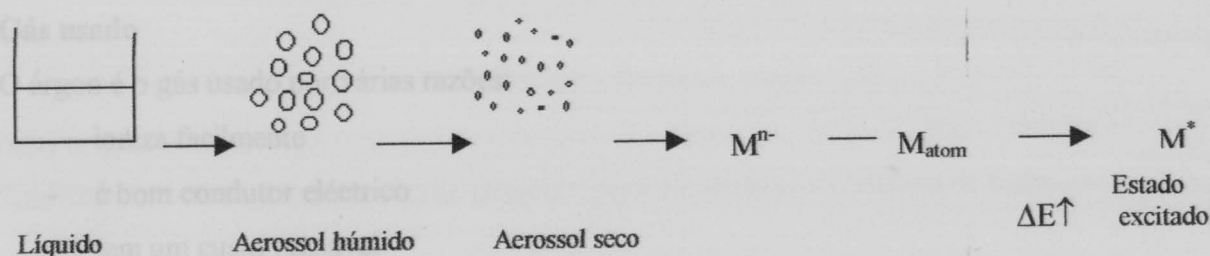


Figura 2 –Atomização de uma amostra.

Dependendo do tipo de excitação, as linhas emitidas vão ter diferentes denominações:

A emissão de energia por parte de um átomo : Linha I

A emissão de energia por parte de um ião ionizado uma vez : Linha II

A emissão de energia por parte de um ião ionizado duas vezes : Linha III

Estas linhas são função dos níveis de energia envolvidos. As linhas I e II são frequentemente observáveis no plasma, as linhas III são menos frequentes, e as linhas de nível mais elevado nunca são observáveis.

1.1.1.2 - O plasma

O fenómeno de emissão ocorre no plasma. O plasma é um gás que é ionizado a altas temperaturas e é electricamente neutro. O gás usado é o árgon .

Criação do plasma

O árgon flui através de um tubo de quartzo que está no interior de um solenóide. As linhas de forças produzidas pelo campo magnético são direccionadas ao longo do eixo do solenóide no interior do tubo e tomam uma configuração elíptica no seu exterior.

Para ionizar parcialmente o plasma que flui à volta da tocha, é usada uma descarga eléctrica. Os electrões que aí são produzidos ficam sujeitos a um campo magnético induzido que os obriga a fluir sob a forma de trajectória anelar ao longo do eixo do tubo de quartzo. As correntes induzidas são permanentemente produzidas. As trajectórias dos

electrões são abrandadas pelas colisões, e estas produzem calor que promovem a ionização de outros átomos de gás, tornando-se assim o plasma auto-sustentável.

A análise quantitativa associa a energia emitida com o número de átomos presentes na amostra.

Gás usado

O argón é o gás usado por várias razões:

- ioniza facilmente
- é bom condutor eléctrico
- tem um custo razoável

As partículas que transferem a energia aos átomos em solução são os iões de argón Ar^+ , que são átomos de Ar excitados com electrões.



1.1.2 – Análises

1.1.2.1 - Introdução

Como já foi referido, um átomo sujeito a uma fonte de plasma emite fotões de λ são característicos. É esta propriedade que nos permite fazer uma análise qualitativa da amostra.

O número de fotões emitidos é proporcional ao número de átomos do elemento em questão. Esta é a base que nos permite fazer a análise quantitativa.

As curvas de calibração são construídas através de padrões com valores de concentração do elemento a analisar previamente estipulados. Estes padrões são sujeitos a análise e a análise.

1.1.2.2 - Análises qualitativas

A análise qualitativa envolve a procura dos elementos presentes na amostra desconhecida. Esta análise envolve uma busca aos elementos segundo as suas linhas características.

Se dois ou mais elementos emitem no mesmo comprimento de onda, ou tão próximos que a separação dos picos seja impossível, é necessário no mínimo usar dois comprimentos de onda bem conhecidos que certifiquem a sua presença na amostra.

Uma vez detectada a presença do elemento através dos comprimentos de onda lidos é medida uma quantidade aproximada de elemento presente na amostra.

Cada elemento tem uma curva de intensidade versus concentração. Os pontos

1.1.2.3 - Análises quantitativas

A análise quantitativa associa a energia emitida com o número de átomos presentes na amostra.

A emissão atômica não é um método absoluto, devido à relação entre a intensidade de emitida pela linha e a concentração associada ao elemento. Através desta relação é determinada a curva de calibração do elemento para um dado comprimento de onda.

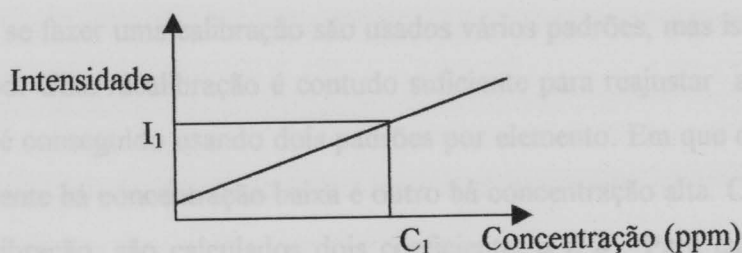


Figura 3- Curva de calibração

A vantagem da espectrometria de emissão atômica no ICP é que na maioria dos casos as curvas de calibração são lineares para várias ordens de concentração.

Deve-se ter muito cuidado na construção das curvas de calibração, pois são estas que vão determinar a ocorrência na análise.

As curvas de calibração são construídas através de padrões com valores de concentração do elemento a analisar previamente estipulados. Estes padrões são soluções cuja a matriz e a concentração dos elementos presentes nela são próximos das amostras das soluções a analisar. A selecção correcta das concentrações dos padrões é essencial para a obtenção de um resultado fiável.

Os padrões podem ser preparados de varias formas. Pode-se preparar um só padrão elementar, ou um padrão multi-elementar, desde que não haja o risco de precipitação por reacção dos elementos presentes. Todos os elementos da amostra a analisar devem estar dentro da gama de concentrações dos elementos presentes no padrão a usar.

Calibração

No final das leituras do padrão o *software* do equipamento faz uma regressão linear para cada elemento. É determinada a curva da intensidade versos concentração. Os pontos

para o cálculo da regressão linear são, para cada elemento, a concentração do padrão dada pelo utilizador e a intensidade medida nesse comprimento de onda.

A curva de primeira ordem é determinada segundo a equação:

$$\text{Concentração} = a \times \text{intensidade} + b$$

Se houver pelo menos três padrões de diferentes de concentração para o mesmo elemento, a curva de segunda ordem é calculada pela equação:

$$\text{Concentração} = a \times (\text{intensidade})^2 + b \times \text{intensidade} + c$$

Recalibração

Para se fazer uma calibração são usados vários padrões, mas isto geralmente leva algum tempo. Uma recalibração é contudo suficiente para reajustar a curva durante a análise. Isto é conseguido usando dois padrões por elemento. Em que os pontos obtidos são um referente há concentração baixa e outro há concentração alta. Com estes dois padrões de recalibração, são calculados dois coeficiente, **a** e **b**. Para cada intensidade **I** medida, podem-se efectuar os seguintes cálculos.

$$\text{Concentração} = a \times I + b \quad \text{calibração}$$

1.1.2.3.1 - Interferências no espectro

Antes de fazer a calibração ou a análise, é necessário fazer um estudo prévio das interferências e/ou características ópticas de adição ou subtracção da radiação aos comprimentos de onda seleccionados para examinar o elemento.

As interferências podem ser:

- O contínuo *background* emitido pelo plasma, que se sobrepõe á radiação do comprimento de onda a analisar.
- A radiação de uma linha atômica que se sobrepõe á linha que se está a analisar .
- A sobreposição de bandas moleculares das linhas provenientes do árgon, na linha a analisar.
- O *background* produzido pela matriz.
- Desvio da luz.

O contínuo *background* emitido pelo plasma, que se sobrepõe á radiação do comprimento de onda a analisar.

Geralmente um *background* contínuo justifica o nome, devido ao facto de ter uma emissão de intensidade constante, pelo menos dentro do comprimento de onda abrangido pela linha analítica.

Consequentemente, é fácil compensá-lo, subtraindo ao valor máximo do pico, o valor medido na vizinhança da linha analítica.

A radiação de uma linha atómica que se sobrepõe á linha que se está a analisar.

Geralmente este problema é proveniente do facto de existirem diferentes elementos que emitem exactamente no mesmo comprimento de onda, ou tão próximo que o aparelho não os consegue diferenciar .

Se a distância é muito pequena os resultados da análise só serão correctos se o operador fizer previamente no programa a correcção destas interferências.

A sobreposição de bandas moleculares das linhas provenientes do árgon, na linha a analisar.

Os constituintes que compõem o plasma, em particular os radicais NO, OH e NH emitem radiação nos comprimentos de onda entre 200 e 350 nm.

Acrescendo a este facto o plasma emite linhas provenientes do Ar, que em certos casos podem sobrepor-se às linhas atómicas dos elementos a ser analisados.

Consequentemente, o *background* não é uniforme para todos os comprimentos de onda. Em certos casos podem efectuar-se correcções.

O background produzido pela matriz.

Como resultado de vários processos físicos algumas linhas tornam-se mais largas. Este fenómeno pode tornar-se significativo quando os elementos estão presentes altas concentrações (na matriz por exemplo). Eles produzem interferências que podem ser corrigidas pelo software.

Desvio da luz.

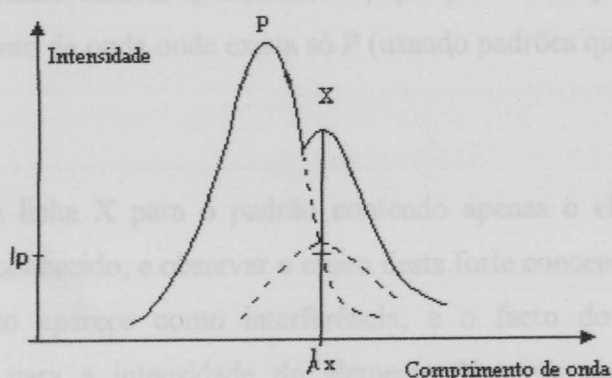
Os desvios de luz dependem principalmente da qualidade do sistema óptico usado. Hoje com utilização de *gratings holográficos* eles são insignificantes.

1.1.2.3.2 - Métodos analíticos correctivas

Os métodos a seguir descritos explicam como corrigir as interferências no espectro.

Correcção inter-elementos

No caso concreto do exemplo a baixo, em que a linha X tem uma interferência provocada pela linha P, verifica-se que o aparelho posicionado no pico X inclui parte do valor referente ao pico P.



O valor da intensidade medida vai assim ser consequentemente maior em relação ao que seria de esperar se a leitura da intensidade da linha X fosse medida isoladamente, então de forma a melhorar o resultado, tem que ser feita uma correcção.

$$I_X^{aparente} = I_X^{verdadeiro} + I_P$$

Nesta formula a intensidade da linha P pode ser facilmente introduzida medindo outra linha de P situada num comprimento de onda diferente daquele onde sofre interferência com X.

Para poder fazer-se esta correcção, é necessário ser capaz de determinar de forma precisa a quota correspondente á contribuição da linha que provoca a perturbação.

A formula realmente usada para fazer esta correcção é ligeiramente diferente da teoricamente apresentada, e toma a forma :

$$C_X^{verdadeira} = k_{0X}^{aparente} + k_1 C_P$$

onde k_0 , k_1 são coeficientes a ser determinados

e C_P é a concentração do elemento químico que provoca a perturbação.

Para se fazer esta correcção são necessários três passos:

1º passo :

- Calibrar o aparelho com elemento X sem a perturbação do elemento P (usando padrões que não contenham P).
- Posteriormente calibrar o elemento P, que provoca a perturbação, num outro comprimento de onda onde exista só P (usando padrões que contenham só P).

2º passo:

Analisar a linha X para o padrão contendo apenas o elemento perturbador P como desconhecido, e observar o efeito desta forte concentração de P na linha X. Este efeito aparece como interferência, e o facto do instrumento ter sido calibrado para a intensidade do elemento X torna possível quantificar esta interferência como de segue:

A concentração de P, C_P , representa uma concentração equivalente para a perturbação da linha X, ou $C_{P/X}$ (a concentração C_X de X permanece igual a zero nesta fase).

3º passo:

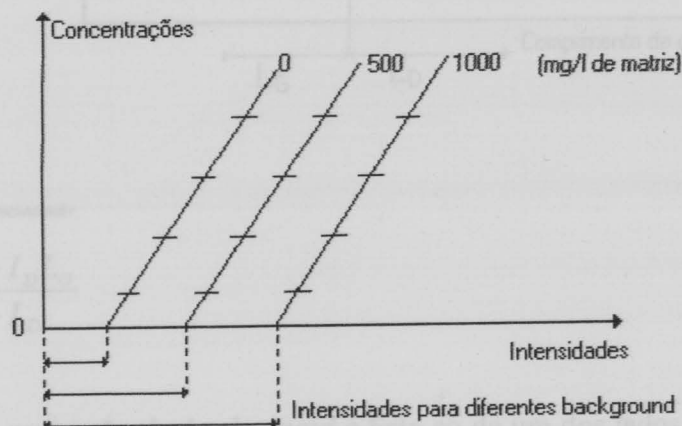
- Determinar a curva de correcção para a interface, usando a correcção inter-elementar do *software* do aparelho ("I.E.C.").

Introduzir a concentração do elemento que faz a perturbação, C_P , e a concentração equivalente do elemento que é perturbado, $C_{P/X}$, para automaticamente serem calculados os coeficientes.

Correcções de *background*

Em determinados casos o *background* do espectro (em particular o *background* contínuo) muda quando há mudança do valor de concentração da matriz.

Por exemplo para as concentrações de 0, 500, 1000 mg/l de matriz, vai haver três calibrações diferentes para cada elemento X, correspondente aos três diferentes *backgrounds* contínuos.



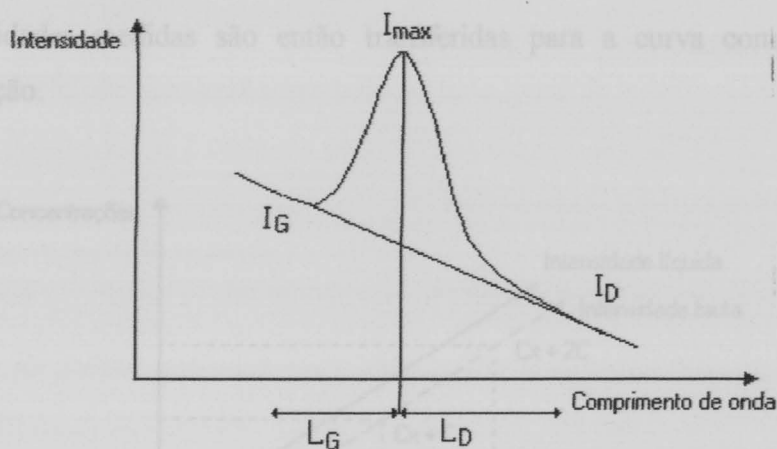
A maioria dos casos clássicos envolve um aumento significativo do *background* do espectro perante a presença de altas concentrações de elementos alcalinos ou alcalino-terrosos (Na, Mg, Ca, Al).

Podemos tomar como exemplo o acréscimo do *background* do espectro nas imediações da linha do Al aos 396.15 nm para 5 mg/l de Ca em água.

Primeiro visualizamos a sobreposição do espectro do Al na água sem Ca e com Ca a 1500 mg/l. Depois podemos subtrair o *background*, pois a escolha da localização do *background* do espectro medido torna-se fácil.

A finalidade desta escolha é encontrar no espectro a localização o mais próxima possível da linha usada onde o valor da intensidade medida já não esteja afectada pelo acréscimo da concentração do elemento a ser analisado.

A subtracção do *background* é habitualmente muito simples, fazendo a seguinte aproximação:



$$I_{\text{corrigido}} = I_{\text{Max}} - I_{\text{Encontrado}}$$

$$I_{\text{Encontrado}} = \frac{I_G L_D + I_D L_G}{L_G - L_D}$$

Frequentemente, a correcção do *background* é feita só de um dos lados da linha. O que simplifica o procedimento relativo á formula.

1.1.2.3.3 - Outros métodos analíticos

Vão ser descritos três métodos. Cada um reflecte um caso analítico específico.

a) Método de adição padrão

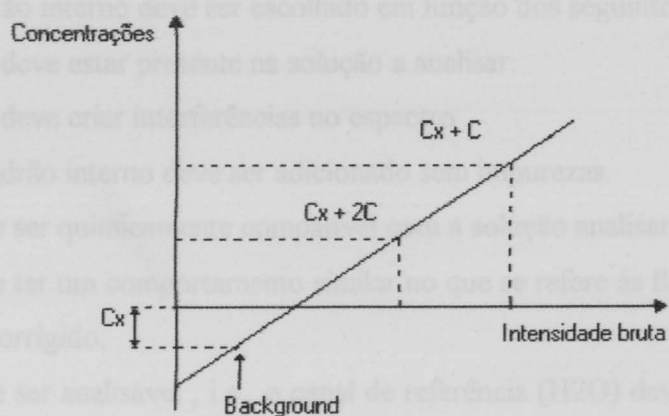
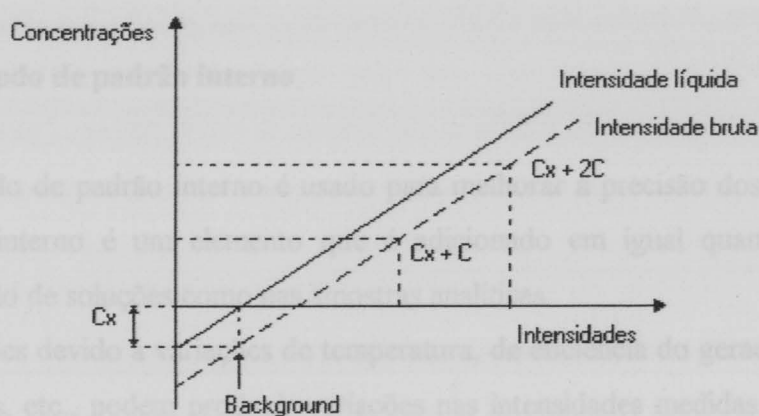
Este método é também designado por “Standard additions”, é relativamente fácil de usar, e pode ser a resposta a alguns problemas específicos da espectrometria no ICP:

- Quando não existe calibração por padrões.
- Quando as matrizes usadas não produzem resultados válidos através dos métodos de calibração clássicos.

Exemplo – As matrizes biológicas, para as quais é muito difícil obter a leitura do zero.

Neste método, a concentração C_x do elemento X na amostra é obtida analisando a solução através de sucessivas adições do elemento a ser determinado, e essas concentrações são respectivamente iguais a C , $2C$, $3C$, etc.

As intensidades medidas são então transferidas para a curva como função da concentração.



No caso da absorção atômica o valor de C_x é determinado por extrapolação dos valores da curva de calibração até ao ponto de intercepção com o eixo do Y (intensidade zero).

Na emissão por fonte de plasma, ICP, quando se usa o método de adição padrão, é absolutamente obrigatório considerar o *background* espectral da ocorrência e subtrai-lo às intensidades correspondentes às soluções C_x , $C_x + C$, $C_x + 2C$, etc. onde a intensidade/concentração da curva a estabelece como funções das intensidades líquidas (intensidades brutas com o *background* subtraído).

Embora o método de adição padrão seja algo demorado (devido há preparação das amostras), indirecto, e requeira o *background* corrigido, é por vezes muito útil nos casos já citados anteriormente.

Nota – A qualidade dos resultados deste método depende totalmente da precisão do *background* corrigido e, é claro, da precisão das adições sucessivas.

b) Método de padrão interno

O método de padrão interno é usado para melhorar a precisão dos resultados. Um padrão interno é um elemento que é adicionado em igual quantidade tanto na calibração de soluções como nas amostras analíticas.

Flutuações devido a variações de temperatura, de eficiência do gerador, de gases, de amostras, etc., podem produzir variações nas intensidades medidas dos respectivos elementos, mas isto acontece também na mesma proporção com o padrão interno.

Consequentemente, a razão de intensidades permanece relativamente constante.

Um padrão interno deve ser escolhido em função dos seguintes critérios:

- Não deve estar presente na solução a analisar.
- Não deve criar interferências no espectro
- O padrão interno deve ser adicionado sem impurezas.
- Deve ser quimicamente compatível com a solução a analisar.
- Deve ter um comportamento similar no que se refere ás flutuações do elemento a ser corrigido.
- Deve ser analisável, i.e., o canal de referência (H₂O) deve existir para esta linha padrão, ou deve existir uma linha analítica instalada no policromador.

Esta escolha é um assunto delicado, e não há um elemento universal que possa ser usado para este fim.

Geralmente, para linhas tipo I (linhas atômicas), deve ser escolhido um padrão interno que tenha linhas de análise tipo I. Para linhas tipo II (linhas iónicas), o padrão interno deve ter linhas de análise tipo II.

A concentração do padrão interno e o ajuste da alta voltagem do fotomultiplicador dever ser feitos de tal forma que a razão das intensidades não fique muito distante do valor 1.

c) Método de recalibração sucessiva

Com o fim de obter resultados precisos, é possível recalibrar o aparelho após N análises.

A recalibração usando só dois pontos, torna possível o reajuste da curva de calibração para as análises. O ponto inferior da curva de calibração representa a concentração mais baixa, que é geralmente obtida pela leitura do branco, e o ponto superior representa a concentração mais alta. Geralmente a recalibração é feita só para o ponto superior, já que se assume que o inferior não varia.

A monitorização das intensidades possibilita de uma forma mais precisa o cálculo das concentrações das soluções. Obviamente, este método atrasa as análises, por isso é usado só quando é pretendida uma grande precisão analítica.

- Um sistema óptico, onde é lido cada espectro de emissão do plasma proveniente das amostras.

- Um sistema de processamento de sinal que usa a radiação emitida pelas amostras para fazer a sua análise qualitativa e quantitativa.

Vai-se fazer agora uma descrição breve dos sistemas de introdução de amostras, gradiv, sistema óptico e sistema de processamento de sinal.

2.1.3 - Sistema de introdução de amostras

A unidade de excitação é composta por um sistema de coleta e nebulização das amostras líquidas, pela tocha (queimador) que está rodeada por uma serpentina de indução e uma sistema de ignição, e por um gerador de altas frequências.

As amostras são introduzidas no plasma sob a forma de líquido ou de partículas sólidas em suspensão no líquido. O diâmetro das partículas não deve exceder os 10 microns.

O sistema de introdução de amostras inclui:

- O nebulizador, que gera o aerosol.
- A câmara de spray que separa as gotículas.
- Uma tocha removível que transporta o aerosol ao plasma.

2 - DESCRIÇÃO DO APARELHO

2.1 - ESPECTRÓMETRO DE EMISSÃO POR FONTE DE PLASMA (ICP)

2.1.1 - Unidade de análises

O espectrómetro ICP da Jobin Yvon (JY) inclui os seguintes componentes:

- Sistema de introdução de amostras, que tem a função de levar as amostras ao plasma.
- Um gerador eléctrico, que fornece a energia ao plasma.
- Um sistema óptico, onde é lido cada espectro de emissão do plasma proveniente das amostras.
- Um sistema de processamento de sinal que usa a radiação emitida pelas amostras para fazer a sua análise qualitativa e quantitativa.

Vai-se fazer agora uma descrição breve dos sistema de introdução de amostras, gerador, sistema óptico e sistema de processamento de sinal.

2.1.2 - Sistema de introdução de amostras

A unidade de excitação é composta por um sistema de colheita e nebulização das amostras líquidas, pela tocha (queimador) que está rodeada por uma serpentina de indução e uma sistema de ignição, e por um gerador de altas frequências.

As amostras são introduzidas no plasma sob a forma de líquido ou de partículas sólidas em suspensão no líquido. O diâmetro das partículas não deve exceder os 10 microns.

O sistema de introdução de amostras inclui.

- O nebulizador , que gera o aerossol.
- A câmara de spray que separa as gotículas.
- Uma tocha removível que transporta o aerossol ao plasma.

Este conjunto de componentes é montado num suporte chamado “cassete”. São usados diferentes tipos de cassetes, dependendo do tipo de matrizes a analisar. A cassete é facilmente removível e substituída usando os dispositivos de ligação rápidos.

A bomba peristáltica tem a finalidade de melhorar a estabilidade da introdução das amostra e pode também ser usada para drenar os resíduos da câmara de spray com vista a melhorar a estabilidade. Para análise de soluções de salinas concentradas pode usar-se argon húmidificado.

2.1.2.1 - Nebulizador

As amostras líquidas (soluções) são aspiradas e levadas por uma corrente de gás para o sistema de nebulização onde são transformadas num aerossol de gotículas muito finas. Existem vários tipos de nebulizadores. A sua escolha depende da matriz a ser analisada.

Nebulizadores pneumáticos com uma eficiência próxima dos 5%.

- Nebulizador “MEINHARD”, para soluções aquosas.	1.0	1.5
- Nebulizador “JY”, para sais ^(*) ou soluções orgânicas e para soluções com suspensões.	2.5	1.0
- Nebulizadores “V-groove”, para soluções de sais ^(*) com matriz em ácido fluorídrico, soluções orgânicas e soluções com suspensões.	1.5	1.0
- Nebulizador “CROSS FLOW”	0.8	1.0
- Nebulizador tangencial@, para qualquer tipo de matriz.		

(*) soluções de sais, são soluções que contêm elevadas concentrações de sais (superiores a 10 g/l).

Nebulizador “Ultrasonic”, com uma eficiência quase completa, para trabalhar a limites de detecção muito baixos.

MEINHARD e JY, são nebulizadores concêntricos e são baseados no princípio de VENTURI.

Para o nebulizador “JY” a nebulização é explicada da seguinte forma:

O dispositivo consiste essencialmente numa agulha regulável e um bocal fixo. Ajustando a agulha ao bocal e mantendo uma pressão constante, a secção disponível à passagem de corrente fluída vai diminuindo, logo a velocidade da corrente aumenta. Este aumento de velocidade é acompanhada por uma grande queda de pressão que provoca a sucção do líquido e o transforma em aerossol.

Condições operatórias :

Para se formar o aerossol, devem-se verificar ou ajustar três parâmetros:

- A pressão do árgon na entrada do nebulizador.
- Corrente de gás de nebulização.
- Caudal da amostra.

Na tabela seguinte são mostradas algumas condições de operação para os vários tipos de nebulizadores. Os nebulizadores foram testados pela Jobin-Yvon por isso as condições usadas encontram-se no manual de utilização do aparelho.

Nebulizadores	Pressão de nebulização (bar)	Caudal do gás de nebulização (l/min)	Caudal da amostra (ml/min)
Meinhard	3	0.8	1
"V" groove	2.5	1.0	1.5
Cross flow	2.5	0.8	0.7
JY Zr nozzle ($\phi=1\text{mm}$)	2.5	0.8	1.5 a 2
Tangential @	2.5	0.8	1

As amostras líquidas são levadas até ao nebulizador directamente ou por meio da bomba peristáltica.

A bomba peristáltica serve para estabilizar a corrente de solução cuja viscosidade é insignificante.

Árgon húmidificado

Para analisar soluções aquosas com alta concentração de sais é instalado junto à entrada do nebulizador um dispositivo que gera árgon húmidificado.

O árgon húmidificado reduz o risco de perigo de obstrução do nebulizador.

Para haver condições ideais de funcionamento, devem existir um grande número de pequenas gotas.

O argon humidificado não deve ser usado para analisar soluções orgânicas.

O princípio de operação é explicado no desenho a seguir.

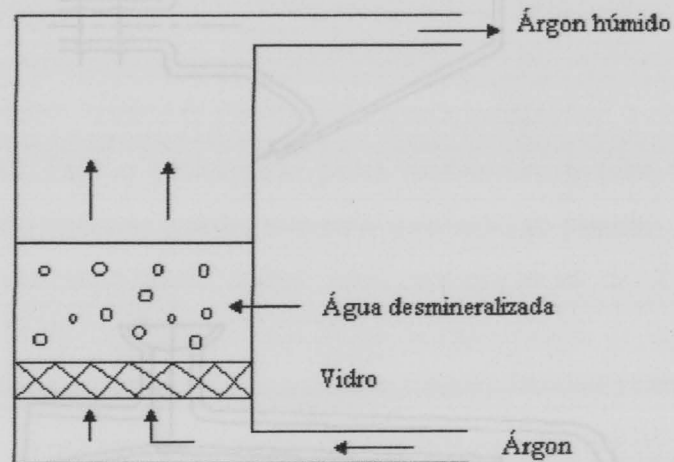


Figura 4 – Humidificação do argon.

Figura 5 - Os dois tipos de câmaras de pulverização

2.1.2.2 - Câmara de pulverização

Antes de ser introduzido no plasma, o aerossol atravessa a câmara de condensação, também denominado de câmara de pulverização, onde as gotas grandes são automaticamente eliminadas por gravidade.

Um regulador (crivo; filtro) de dimensão das gotículas serve para separar as que possam ser transportadas pelo plasma até à tocha. Há dois tipos de câmaras de pulverização disponíveis: o tipo SCOTT e o tipo ciclónico, ambos para circulação axial e lateral do plasma.

O líquido que não é usado na tocha é drenado para o exterior pela bomba. O nível constante de líquido residual na coluna mantém um valor fixo da pressão na câmara: é este o papel do sifão de drenagem na montagem. Este é um parâmetro muito importante para a estabilização do plasma.

Antes de ligar o plasma, o sifão enche-se de solvente se este não tiver sido bombeado para fora.

A câmara têm uma pequena inclinação de forma a poder fazer a drenagem dos resíduos para baixo.

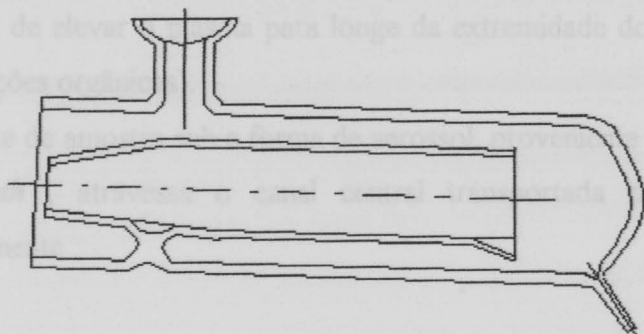
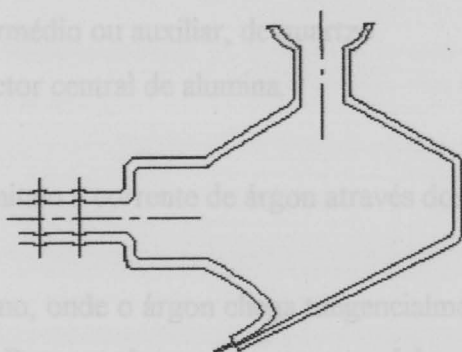


Figura 5 - Os dois tipos de câmaras de pulverização.

2.1.2.3 - Tocha

O aerossol é transportado no plasma através do *sheath* até à tocha.

O *sheath* é um dispositivo usado para envolver o aerossol no argon. A utilização adicional deste gás tem duas vantagens:

- Reduz os problemas do efeito de memória, poluição e cristalização no injector.
- A corrente de gás no invólucro pode variar (sem afectar outros parâmetros), o que faz variar o tempo que a amostra permanece no plasma. Isto faz com que seja possível a análise de elementos alcalinos (tais como Na, Li, K) sem diminuir a sensibilidade.

A **tocha** que é totalmente removível, é feita com três tubos concêntricos:

- Um tubo externo de quartzo .
- Um tubo intermédio ou auxiliar, de quartzo.
- Um tubo injector central de alumina.

Estes três tubos delimitam a corrente de árgon através dos seus canais.

- O canal externo, onde o árgon chega tangencialmente, tem o objectivo de fazer a refrigeração. Para o plasma que passa axialmente, o tubo tem 20 mm de comprimento de forma a poder aumentar a duração do plasma.
- O canal intermédio pode conter uma corrente axial de árgon, que tem a finalidade de elevar o plasma para longe da extremidade do injector (para usar com soluções orgânicas).
- A corrente de amostra sob a forma de aerossol, proveniente da nebulização e do gás *sheath* , atravessa o canal central transportada pelo árgon que flui vectorialmente .

2.1.3 – Gerador

O gerador tem a função de fornecer a energia necessária para obter e manter o plasma.

O gerador da JOBIN-YVON é o gerador RF. A frequência é produzida pelo quartzo e amplificada por um amplificador CMOS. O indutor está num circuito secundário. Qualquer variação na carga, que é dependente do tipo de solução introduzida no plasma, é compensada por uma modificação na conjugação entre as linhas primária e secundária do circuito.

O tempo de resposta deste sistema é extremamente curto e não implica qualquer movimento mecânico.

A frequência é seleccionada aos 40.68 MHz , que é uma alta frequência, e proporciona um fraco *background* e um excelente limite de detecção. Garante também uma melhor penetração da amostra no plasma e como consequência uma maior flexibilidade na utilização.

2.1.4 - Sistema óptico

O sistema óptico dos espectrómetros ICP da JY é constituído por vários componentes:

- Sistema de iluminação.
- Monocromador.
- Policromador .

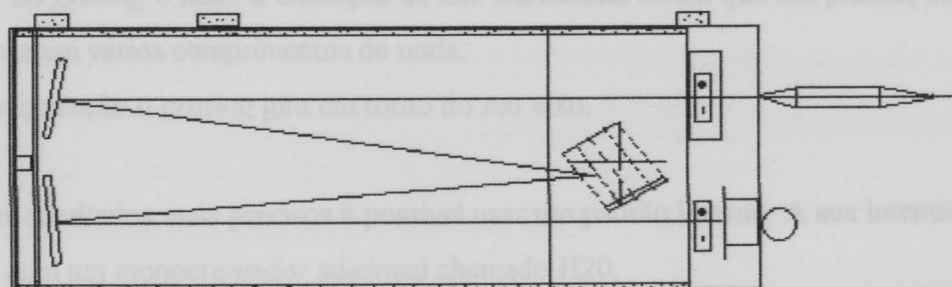


Figura 6 – Princípio de operação do monocromador .

Sistema de iluminação

O sistema de iluminação transporta a luz emitida pelo plasma ao sistema de difracção. Este sistema tem uma ou duas lentes que produzem uma imagem óptica do plasma na fenda de entrada.

Monocromador

O monocromador inclui:

- uma dupla fenda de entrada, controlada pelo computador, que é por onde a luz emitida pelo plasma entra ,
- um primeiro espelho que envia a luz para o *grating* (grade),
- o *grating* que é usado para fazer a difracção da luz,
- um segundo espelho que envia a luz para a fenda de saída,
- uma dupla fenda de saída, controlada pelo computador, que concentra a luz conforme o comprimento de onda.

Este monocromador é do tipo CZERNY-TURNER: o espaço entre as fendas de entrada e saída é fixo. O *grating* é planar. O primeiro espelho está situado no plano focal da fenda de entrada. É através deste que o feixe é reflectido até ao *grating*. O *grating* faz a difracção da luz e envia-a para o segundo espelho, que a reencaminha para a fenda de saída.

O *grating* é o coração do aparelho. É constituído por um suporte de vidro revestido por uma camada fotossensível, que está gravada com um grande número de linhas paralelas (entre 1800 e 4320 linhas/mm).

A função do *grating* é fazer a difracção da luz. Da mesma forma que um prisma, separa a luz branca em vários comprimentos de onda.

Nesta configuração o *grating* gira em torno do seu eixo.

Para obter resultados mais precisos é possível usar um padrão interno. A sua intensidade é medida com um monocromador adicional chamado H20.

Grating duplo

Quanto maior for o número de linhas do *grating*, maior é a sua resolução, mas mais restrito é a gama de acção do espectro.

Isto pode ser resolvido usando um *grating* duplo constituído por dois *gratings* sobrepostos. Onde um dos *gratings* têm um grande número de linhas (4320 linhas/mm) de forma a obter alta resolução na gama de comprimentos de onda dados (160-430 nm), o outro (2400 linhas/mm) trabalha numa gama do espectro mais alargada (160-780 nm).

Policromador

O policromador é composto por:

- Uma fenda da entrada, por onde entra a luz proveniente do plasma.
- O *grating* que faz a difracção da luz.
- Fendas de saída que reconvertem a luz como funções do comprimento de onda.

No caso concreto deste aparelho, não está instalado o policromador, daí que não faça uma descrição mais aprofundada dele.

2.1.5 –Processamento de sinal

Uma vez feita a difracção da luz, ela é processada de forma a fornecer informação para análise.

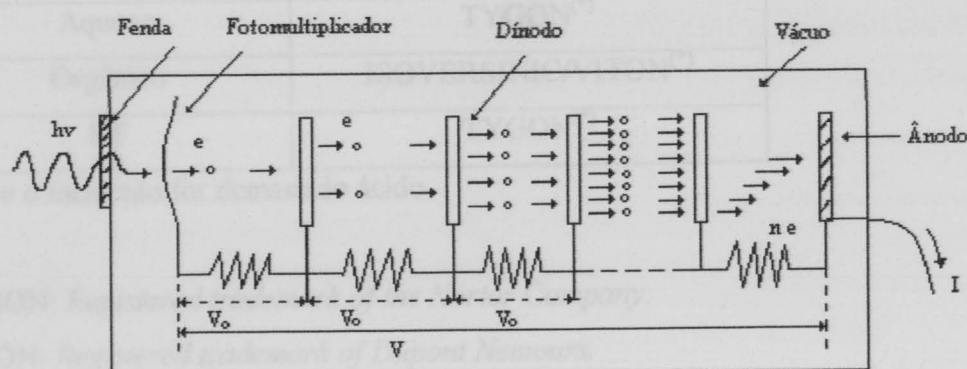
A luz emitida é convertida em corrente eléctrica através de um tubo fotomultiplicador. Este sinal é então tratado pelo *spectralink*.

O *spectralink* é a interface entre o espectrómetro e o computador, sendo este constituído essencialmente por uma série de cartões justapostos.

Fotomultiplicador (PMT)

O fotomultiplicador é o detector óptico mais extensamente usado.

O princípio de funcionamento do fotomultiplicador é explicado a seguir:



V - Alta voltagem aplicada ao PM

V_0 - Voltagem entre os dois dínodos

Se houver n dínodos $V_0 = V/n$

Figura 7 – Esquema do fotomultiplicador.

O fotomultiplicador é um tubo de vácuo que contém um material fotossensível chamado fotocátodo. Quando exposto há radiação (luz $h\nu$) o fotocátodo emite electrões. Estes são acelerados e enviados para um dínodo onde são ejetados vários electrões por cada electrão incidente.

Estes electrões são recebidos pelo ânodo, chamados electrões secundários pois foram acelerados e multiplicados.

A corrente medida no ânodo é proporcional à quantidade de luz que passa através do cátodo.

O tipo de fotomultiplicador a usar depende do comprimento de onda e da intensidade do sinal esperado.

Caudal de plasma (Argon)	12 l/min
Pressão do nebulizador	2 a 2.7 bar
Caudal de amostra	Ajustar com trío a 1 g/l ± 1.5 ml/min

2.1.6 – Acessórios adicionais

2.1.6.1 - Bomba peristáltica

Os tubos requeridos para fazer a bombagem, dependem do tipo de meio a ser analisado.

Meio	Material do tubo
Aquoso	TYGON ^(*)
Orgânico	ISOVERSINIC/VITON ^(*)
HF	TYGON ^(*)

(*) Se o meio não for demasiado ácido.

TYGON: *Registered trademark of the Nortor Company.*

VITON: *Registered trademark of Dupont Nemours.*

2.1.6.2 - Kit para “HF”

Introdução

A cassette “HF” permite fazer análises a soluções que contenham ácido fluorídrico (símbolo químico: HF). Este ácido dissolve o vidro, então por forma a evitar o contacto com vidro, coloca-se o kit “HF”.

Esta unidade inclui:

- Um nebulizador “V” groove.
- Uma câmara de pulverização.
- Uma membrana cinzenta.
- Uma tocha.

Condições de operação do Kit “HF”

As condições que se seguem são apenas uma referência. As condições exactas de operação estão no sobrescrito do nebulizador.

Caudal de plasma (árgon)	12 l/min
Pressão do nebulizador	2 a 2.7 bar
Caudal de gás <i>sheath</i>	Ajustar com ítrio a 1 g/l
Caudal de amostra	\cong 1.5 ml/min

Princípio da nebulização

A amostra é bombeada por intermédio da bomba peristáltica através de um canal com um diâmetro de 1 mm.

O canal termina num “V”. Quando chega a este ponto, o líquido escorre ao longo de uma ranhura onde se encontra com o árgon e se transforma em aerossol. A mistura de árgon e aerossol entra então na câmara de pulverização.

2.1.6.3 - Kit para óleos

Introdução

A cassette OIL é usada para analisar soluções orgânicas: óleo de motores e aviões, etc.

Esta unidade inclui:

- Um nebulizador “JY”.
- Uma câmara de pulverização de vidro.
- Uma membrana de vidro.
- Uma tocha.

Comparando esta cassette, com uma cassette padrão para soluções aquosas, apenas o tipo de nebulizador é diferente.

Após analisar amostras sujas, não se pode esquecer de nebulizar a unidade de amostras com um solvente de limpeza.

Princípio da nebulização

Este nebulizador pneumático é baseado no princípio de VENTURI, que pode ser explicado da seguinte forma.

Quando é feita uma redução da secção pela qual o fluido está a passar, mantendo a mesma pressão, a velocidade da corrente aumenta. Este acréscimo de velocidade é acompanhado por uma perda de pressão num ponto à frente da secção modificada.

O dispositivo contém uma agulha e um bocal. Quando a agulha é pressionada contra o bocal reduz a secção de passagem da corrente de argón e aumentando-lhe a velocidade. A queda de pressão faz com que o líquido entre via agulha. No ponto onde o líquido e o argón se encontram, o argón divide a amostra em gotículas finas. Este efeito de divisão é ampliado pela descompressão do gás de transporte, e ocorre então a nebulização.

Para uma dada configuração é a posição da agulha relativamente ao bocal que determina a pressão de nebulização da corrente de argón.

A quantidade de líquido sugado é função do caudal de argón, da pressão, da viscosidade do líquido injectado, e da queda de pressão produzida pelo comprimento do tubo capilar.

Características do nebulizador

O nebulizador é composto por um corpo onde estão ligados a agulha e o bocal.

São usados dois tipos de agulhas:

- agulha de platina com 0.7 mm de diâmetro,
- agulha de aço inoxidável com 1 mm de diâmetro.

As agulhas são montadas numa estrutura onde facilmente se pode fazer a instalação e o ajuste desta unidade.

São usados dois tipos de bocal:

- bocal de zircónio com agulha de 0.7 mm de diâmetro,
- bocal de zircónio com agulha de 1 mm de diâmetro.

Agulha de platina de diâmetro 0.7 mm, com bocal de zircónio:

Esta configuração é usada para analisar soluções não corrosivas límpidas (ex: água natural, águas residuais, ou soluções orgânicas com poucas partículas em suspensão).

Esta instalação pode também ser usada para soluções altamente corrosivas límpidas.

São tolerados todos os ácidos simples excepto o ácido hidrofúorídrico. Todavia devem ser tomadas medidas de precaução com misturas de ácidos (HNO₃-HCl, HNO₃-H₂SO₄).

Agulha de aço inoxidável de diâmetro 1 mm, com bocal de zircónio:

Este nebulizador é usado para todas as soluções não corrosivas que contenham partículas em suspensão.

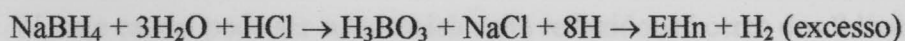
Exemplo: análise de óleos de motores, e poeiras.

2.1.6.4 - Gerador “hydride”

Descrição

Este método envolve a formação de hidrídios com os elementos como o As, Bi, Sb, Se, Sn, Pb, etc., que são voláteis e se tornam assim mais fáceis de transportar pelo argon até ao plasma.

Os hidrídios são obtidos por reacção do tetraboroídrido de sódio com o ácido hidrocloreídrico.



Onde E é o calculado

O sistema inclui:

- dois capilares individuais para a bomba peristáltica,
- um conector em T (polipropileno),
- um separador gás/líquido,
- uma tocha.

Os últimos três itens estão instalados na cassette.

O NaBH₄ e a solução ácida são bombeados por intermédio da bomba peristáltica e misturados no conector T, onde a reacção toma lugar. Todos os produtos são então enviados para o separador gás/líquido.

O produtos gasosos, hidrogénio e hidrídios, são transportados no argon até á tocha, enquanto que o líquido em excesso (H₂O e elementos que não geraram hidrídios) é evacuado através do dreno.

2.1.6.5 - Árgon humidificado

Para analisar soluções aquosas com alta concentração de sais é instalado junto à entrada do nebulizador um dispositivo que gera árgon húmidificado.

O árgon húmidificado serve para fazer a húmidificação do gás de nebulização, prevenindo a cristalização no nebulizador e reduzindo o risco de perigo de obstrução.

2.1.6.6 - Mini-tocha

Desde as primeiras aplicações analíticas, a maioria dos aparelhos ICP, têm operado com níveis de potência entre 1000 a 1500 W.

Em meio aquoso o plasma mantêm-se estável a cerca de 700 W. Isto torna possível melhorar o limite de detecção diminuindo a razão do sinal do *background*.

Operando o plasma a baixa potência, torna-se possível reduzir a refrigeração da corrente de árgon.

Geralmente, o plasma opera com o árgon a 10-12 l/min. Operando próximo dos 650-700 W, este caudal pode ser substancialmente reduzido até cerca dos 8 l/min.

A baixa potência e com baixo consumo de árgon, a tocha de baixa potência, ou mini-tocha, tem a vantagem de fazer uma grande redução nos custos de funcionamento.

A performance analítica usando tochas convencionais para soluções aquosas contendo baixos teores de sais é comparável a esta. Mas a mini-tocha tem os seus limites, não é aconselhável para soluções com altos teores de sais dissolvidos, nem para a maioria das soluções orgânicas.

2.1.6.7 - Nebulizador ultra-sônico

Existe um grande número de vantagens na espectrometria ICP ao usar o nebulizador ultra-sônico:

- Melhor sensibilidade, porque o aerossol refinado é mais facilmente transportado.
- Aerossol mais uniforme.
- Pode ser usada uma maior quantidade de aerossol.

Princípio do nebulizador ultra-sônico

Um cristal piezoelétrico é excitado por um gerador até à frequência de ressonância.

As vibrações do cristal são transmitidas à amostra. O aerossol assim produzido é transportado na corrente de argon até ao sistema de remoção de solvente. O solvente poderia, por exemplo, ser água destilada, que arrefeceria a área central do plasma e emitiria o seu próprio espectro molecular. Para além disso, limitaria a quantidade de material da amostra que poderia ser introduzida no plasma.

O aerossol passa através de um tubo de aquecimento, produzindo um aerossol seco constituído por partículas de sólido refinadas. A refrigeração promove então a condensação do solvente, levando a que o argon transporte apenas uma pequena quantidade de solvente.

2.1.6.8 – Sistema padrão de amostras

Os espectrómetros ICP da JY estão equipados em opção com um sistema automático de verificação de amostras, que permite analisar 270 amostras sem necessidade de intervenção externa.

É directamente controlado pelo *software* através de uma série de conexões. Permite por exemplo, a inserção no controlo de amostras da recalibração automática se a concentração estiver fora da tolerância.

Esta unidade aumenta o grau de verificação das amostras, a reprodutibilidade do modo de operação e elimina erros de manipulação.

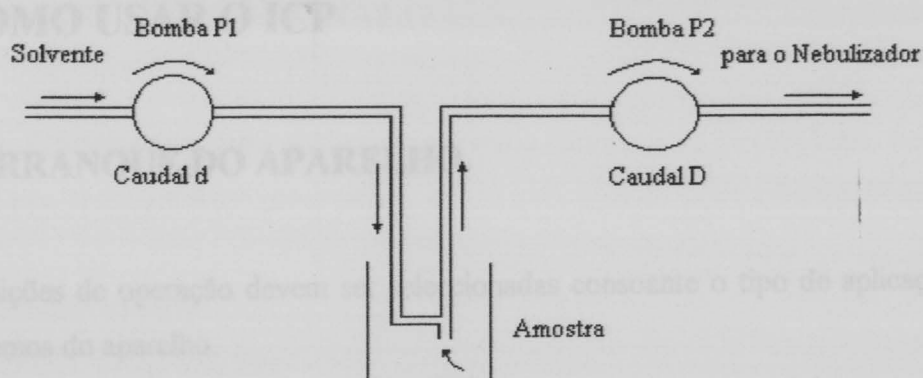
2.1.6.9 - Sistema de diluição

2.1.6.9 - Sistema de diluição

Princípio

Este sistema serve para diluir soluções, geralmente soluções orgânicas, sem as passar através dum tubo.

Dilui as amostras num ponto determinado.



A bomba P1 injecta solvente no tubo exterior. Este passa pelo tubo até á posição da amostra. Neste ponto passa para o tubo interior através da bomba P2. Como o caudal da bomba P2 é maior que o da P1, a quantidade de material da amostra é arrastada com o solvente.

Este sistema pode ser usado com duas bombas peristálticas separadas, cada uma com sistema de velocidade ajustável, mas também com uma só que possua vários canais.

2.1.6.10 - Impressora

A impressora Desk Jet está disponível como opção. Serve para rapidamente imprimir as curvas de calibração e os *profiles* a cores.

A opção inclui a impressora HP e o J-YESS que faz o controlo directo do *software*.

2.1.6.11 - Controlo de caudal

Equipamento usado para medir o caudal de entrada do árgon não muito preciso. De forma a poder contornar este pequeno problema, podem ser usados medidores de caudal mássico. São extremamente úteis para as membranas e gás de nebulização, mas eles não são necessários a menos que se pretenda leituras mais rigorosas e com uma maior reprodutibilidade entre ensaios.

3 - COMO USAR O ICP

3.1 - ARRANQUE DO APARELHO

As condições de operação devem ser seleccionadas consoante o tipo de aplicação que pretendemos do aparelho.

Condições de operação para meios aquosos:

Potência	P1 = 1000 W
Caudal de plasma (árgon)	P1 = 12 l/min
Caudal de gás <i>Sheath</i>	G1 = 0.2 l/min
Caudal de gás auxiliar	Aux = 0 l/min
Pressão do nebulizador MEINHARD	3 bar
Caudal de gás de nebulização	Ler no medidor de caudal
Caudal de amostra	1 ml/min

Condições de operação para meios orgânicos:

Potência	P1 = 1200 W
Caudal de plasma (árgon)	P1 = 14 l/min
Caudal de gás <i>Sheath</i>	G1 = 0.2 l/min
Caudal de gás auxiliar	Aux = 0.8 l/min
Pressão do nebulizador JY	2.5 bar
Caudal de gás de nebulização	Ler no medidor de caudal
Caudal de amostra	1.5 ml/min

Estas condições existem no *software* do *windows* que controla os parâmetros do equipamento.

3.2 - CONFIGURAÇÃO ANALÍTICA

Antes de fazer qualquer nova análise, é necessário adotar uma metodologia, de forma a rapidamente obter resultados coerentes.

1 – Estudo teórico

- Estudo da bibliográfico
- Estudo das tabelas de comprimentos de onda
- Estudo teórico das interferências do espectro

2 – Estudo experimental

- Escolha das linhas analíticas
- Optimização dos parâmetros
- Curvas de calibração e limites de detecção.

3.2.1 - Estudo teórico

Para o estudo teórico devem-se usar os livros e publicações que estão referenciadas em apêndice, ou usar a biblioteca de comprimentos de onda que vem no *software* do equipamento.

Tabelas de comprimentos de onda e interferências do espectro, estão também dadas em apêndice. Contudo todos estes dados devem ser verificados experimentalmente. As intensidades dependem da fonte de excitação (frequência, etc.), e esta, varia de um fabricante para o outro. Portanto os valores das tabelas dão-nos apenas uma indicação.

As interferências dependem da resolução do aparelho, por isso é preferível o operador fazer as suas próprias tabelas de interferências.

3.2.2 - Selecção analítica das linhas (comprimentos de onda)

Geralmente, para uma dado elemento em estudo, escolhe-se a linha mais sensível. Depois, dependendo da matriz onde ele se encontra, estudam-se as potenciais

interferências. Para isto, usa-se a função "PROFILE" do *software*, que faz como que uma fotografia da linha e do seu ambiente. Isto permite-nos visualizar o que realmente acontece.

Devem fazer-se os *profiles* dos vários elementos existentes em solução a vários comprimentos de onda. Após fazer a sobreposição dos *profiles*, pode então fazer-se a escolha do comprimento de onda mais apropriado, para cada problema em análise.

Nem sempre é necessário usar o comprimento de onda que garanta o melhor limite de detecção teórico. O limite de detecção, DL, baseado nas 10 leituras sucessivas do *background*, é definido como:

$$DL = 2k \times RSD_0 \times BEC$$

onde:

BEC – *Background Equivalent Concentration*

RSD₀ – *Relative Standard Deviation*

O melhor compromisso entre limite de detecção, estabilidade e interferências para um dado problema analítico, permanece uma incógnita. Não existe uma linha universal, como melhor comprimento de onda para uma dado elemento. Cada caso é um caso, dependendo da matriz onde o elemento está integrado e do meio em ele está dissolvido. Após se ter escolhido a melhor linha analítica para um dado elemento, tem que se fazer a optimização dos parâmetros, instrumental e analítica.

3.2.3 - Optimização dos parâmetros

A fixação dos parâmetros óptimos para um dado elemento depende do tipo de análise desejada. Análises rápidas não requerem o mesmo grau de optimização de parâmetros que as análises de vestígios.

Para uma dada espécie de matriz é necessário ajustar:

- a potência do gerador
- o caudal de argon
- a alta voltagem do fotomultiplicador (PM)
- a observação do plasma
- o tempo de integração.

3.2.3.1 - Potência do gerador e caudal de árgon

Também aqui os valores médios usados nos dois meios tipo torna possível a obtenção de resultados rápidos e aceitáveis.

Condições de operação para meios aquosos:

Potência	P1 = 1000 W
Caudal de plasma (árgon)	P1 = 12 l/min
Caudal de gás <i>Sheath</i>	G1 = 0.2 l/min
Caudal de gás auxiliar	Aux = 0 l/min
Pressão do nebulizador MEINHARD	3 bar
Caudal de gás de nebulização	Ler no medidor de caudal
Caudal de amostra	1 ml/min

Condições de operação para meios orgânicos:

Potência	P1 = 1200 W
Caudal de plasma (árgon)	P1 = 14 l/min
Caudal de gás <i>Sheath</i>	G1 = 0.2 l/min
Caudal de gás auxiliar	Aux = 0.8 l/min
Pressão do nebulizador JY	2.5 bar
Caudal de gás de nebulização	Ler no medidor de caudal
Caudal de amostra	1.5 ml/min

Para matrizes em meio aquoso contendo grande quantidade de sais, deve usar-se o nebulizador “V” *groove* ou o “JY” e ajustar o gerador para uma alta potência (aproximadamente 1200 W).

3.2.3.2 – Alta voltagem do fotomultiplicador

A alta voltagem do fotomultiplicador afecta a estabilidade e a sensibilidade dos resultados, é por isso importante ajusta-los.

A alta voltagem (HV) deve ser suficiente por forma a nos permitir ver a diferença entre intensidades de duas concentrações que nós queremos diferenciar. Mas aumentando a HV não aumentamos o limite de detecção, mas sim o contrário. Quando a HV é muita alta a estabilidade é penalizada.

3.2.3.3 - Tempo de integração

O tempo de integração é função:

- do tempo disponível para fazer a análise
- da qualidade da amostra
- repetibilidade dos resultados a pesquisar

Do ponto de vista estatístico é preferível fazer três medidas em um segundo, do que uma medida em três segundos. Duma forma geral, o tempo de integração para o aparelho ICP sequencial situa-se entre 0.5 e 2 segundos, e entre 10 a 20 segundos para ICP simultâneos.

3.2.4 - O método

Um método é um grupo de elementos a ser analisados através dos seus comprimentos de onda e em associação com determinados parâmetros.

3.2.4.1 - Parâmetros genéricos para o método

Estes parâmetros são comuns a todos os elementos do método.

Eles definem:

- O número de medidas sucessivas a serem feitas na calibração, recalibração e análises.
- O tempo de lavagem
- O tipo de ficheiro dos padrões
- Correções de intensidade

- Relação entre o método e o método interno
- Método virtual
- Correção inter-elementos

O número de medidas sucessivas a serem feitas na calibração, recalibração e análises.

De forma a evitar incidentes que possam afectar os resultados, tais como bolhas de ar, é preferível fazer várias medidas sucessivas e calcular o desvio padrão relativo (RSD) entre elas. Um valor de RSD excessivamente alto, adverte o operador, possibilitando-o de reagir (reiniciando a análise, por exemplo).

Geralmente, para a calibração, recalibração e análises são feitas três medidas sucessivas.

$$RSD = \frac{\sigma \times 100}{\bar{x}}$$
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

onde:

\bar{x} é a concentração média

n é o número das medidas sucessivas

Tempo de integração

O tempo de integração usado neste equipamento situa-se geralmente entre 0.5 a 2 segundos.

Tempo de lavagem

É o tempo entre a medição de duas amostras. Depende do comprimento dos tubos de colheita das amostras, do nebulizador, dos elementos presentes na amostra e da sua concentração. Há elementos mais poluentes que outros. O boro e o chumbo são exemplos de elementos altamente poluentes.

O papel desempenhado pela concentração dos elementos é evidente: 10 000 ppm de zinco poluem mais do que 1 ppb.

O tempo de lavagem deve ser determinado experimentalmente. É usado se a selecção do padrão tiver sido feita e, mesmo que este não esteja fisicamente presente ou que a solução tenha sido trocada pelo operador.

Tipo de ficheiro dos padrões

As características da curva de calibração (intensidade como função da concentração) são determinadas experimentalmente. As curvas de calibração do ICP são geralmente lineares em várias ordens de grandeza, mas é necessário por vezes usar mais do que dois padrões por elemento para verificar a calibração. Se são requeridos mais que dois padrões por elemento (que extremamente raro no ICP) é criado um ficheiro. O nome e as concentrações dos padrões são definidos para cada elemento.

Consequentemente, há dois tipos de ficheiros de padrões:

- Para mais de dez padrões por elemento.
- Para o máximo de dez padrões.

Correcções de intensidade

Podem ser feitas correcções de intensidade em todos os elementos do método, ou apenas num só.

- *Ratio method* : padrão interno. O padrão interno pode ser global, isto é, para elementos, ou não global.
- *Virtual method*: este método pode ser seleccionado após ter seleccionado o método de padrão interno.
- *Correcção inter-elementos* : o princípio está descrito na secção 1.1.2.3.2 (métodos analíticos correctivos).

3.2.4.2 - Elementos a analisar

Para cada método, devem ser introduzidos os elementos a serem analisados.

Para cada elemento deve-se definir:

- a análise do comprimento de onda ,
- a lista dos padrões necessários para fazer a curva de calibração,
- os padrões de recalibração para ajustar a sensibilidade da curva de calibração durante a análise, se aplicável,

- a unidade da concentração em que se vai trabalhar,
- a correcção de intensidade se pretendida: correcção do *background* ou correcção padrão interna,
- o modo de análise da sequência,

Existem vários modos de análise, cada um vem descrito no manual do aparelho.

Os dois modos principais são:

- O modo de Gauss (modo 2). É feito o *scan ne* da linha, e são retirados 5 ou 9 pontos do cume do pico.
 - O modo de análise directa do pico (modo 5). É medido apenas o valor máximo do pico.
- o incremento entre cada medida, durante a sequência.

Os parâmetros para a análise dum elemento devem ser seleccionados consoante a concentração e o comprimento de onda mais adequado para esse mesmo elemento na matriz onde ele se encontra.

A tabela seguinte representa as condições clássicas para o uso do modo de aquisição.

Concentração (mg/l)	Modo de Análise	Tempo de Integração (s)	Incremento entre dois valores medidos (nm)	Fendas
> 20 mg/l	Max (1/1)	2	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/80
> 20 mg/l	Mean (3/3)	0.5	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/80
> 20 mg/l	Gauss (9/5)	0.3	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/15
0.5 < conc. < 20	Gauss (9/5)	0.5	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/15
0.1 < conc. < 0.5	Max (5/1)	0.5	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/15
< 0.1	Max (5/1)	1	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/15
≈ LQ	Mean (3/3)	2	0.002 para $\lambda < 310$ nm 0.003 para $\lambda > 310$ nm 0.004 para Na, Li, K	20/15

Onde :

- Conc. - concentração
- LQ - limite de quantificação
- Max - modo máximo
- Mean - modo médio
- Gauss - modo Gauss.

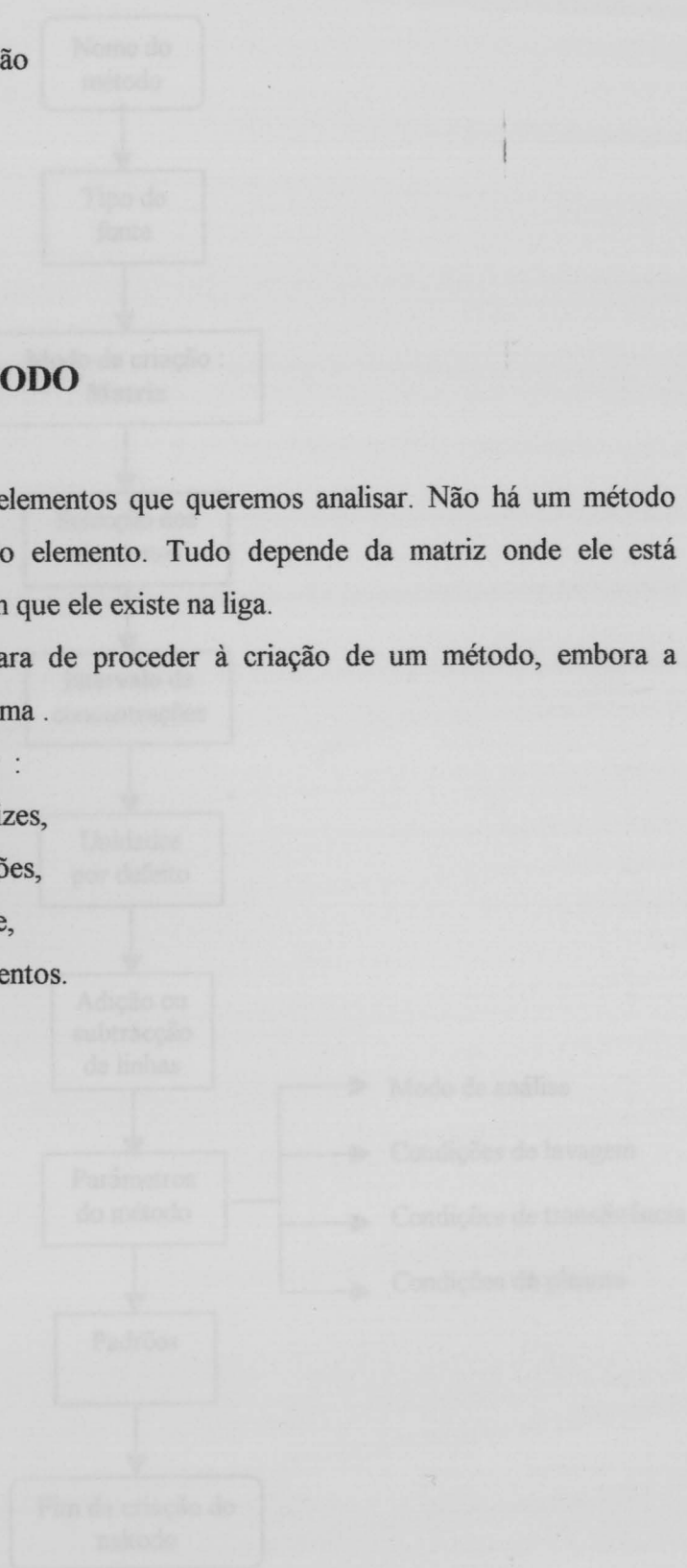
3.3 – CRIAÇÃO DO MÉTODO

Um método é um conjunto de elementos que queremos analisar. Não há um método universal para analisar um dado elemento. Tudo depende da matriz onde ele está incorporado e da percentagem em que ele existe na liga.

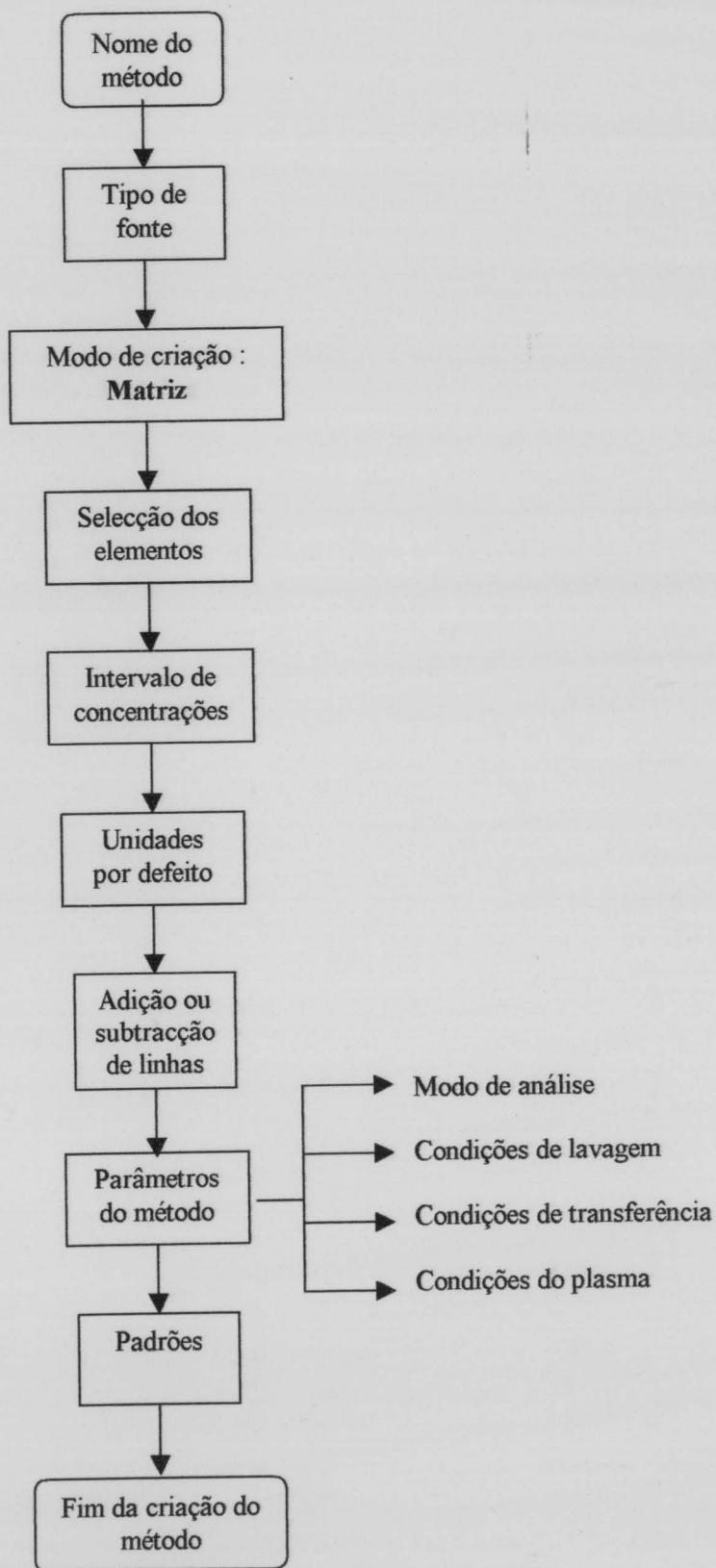
Existem várias possibilidades para de proceder à criação de um método, embora a estrutura seja basicamente a mesma .

Pode-se criar um método a partir :

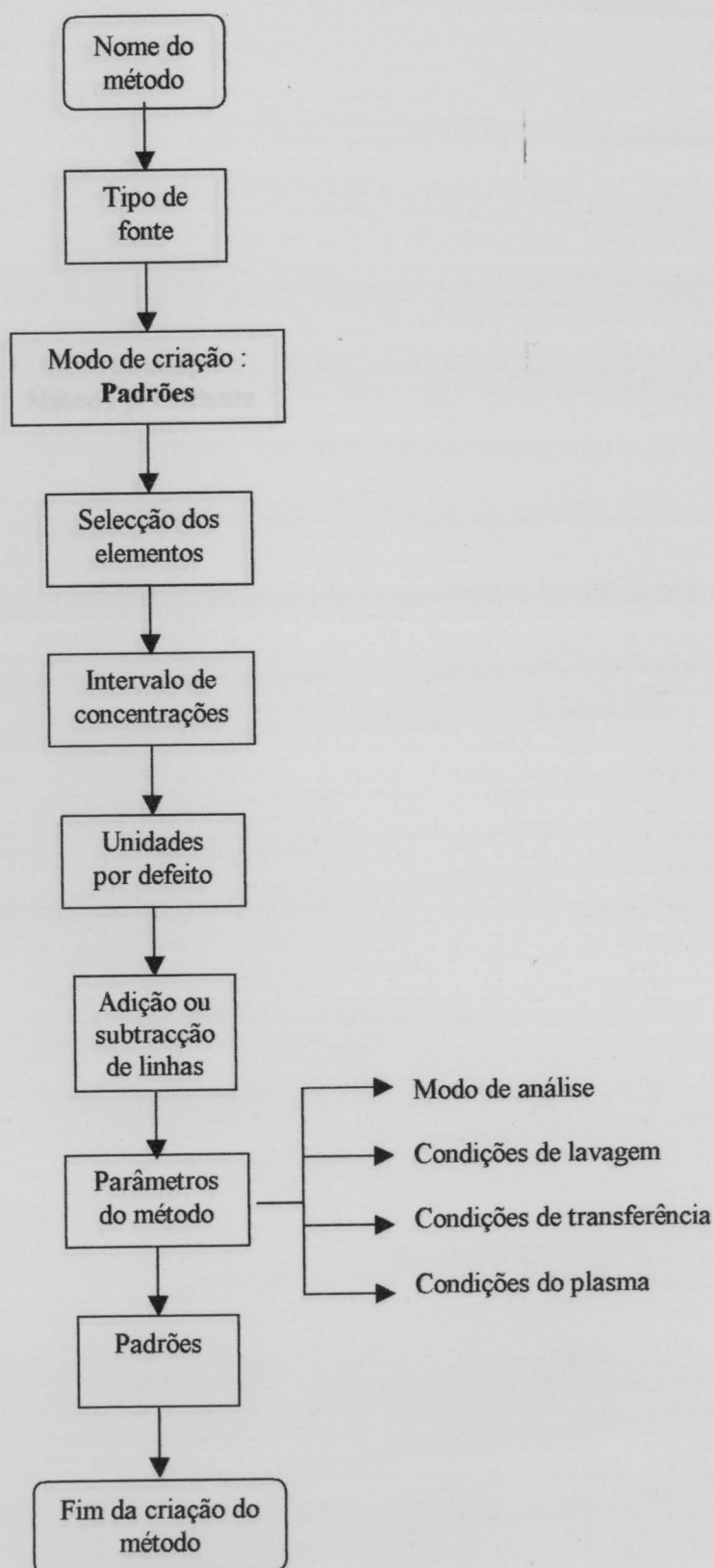
- da base de dados de matrizes,
- de base de dados de padrões,
- de um método já existente,
- da base de dados de elementos.



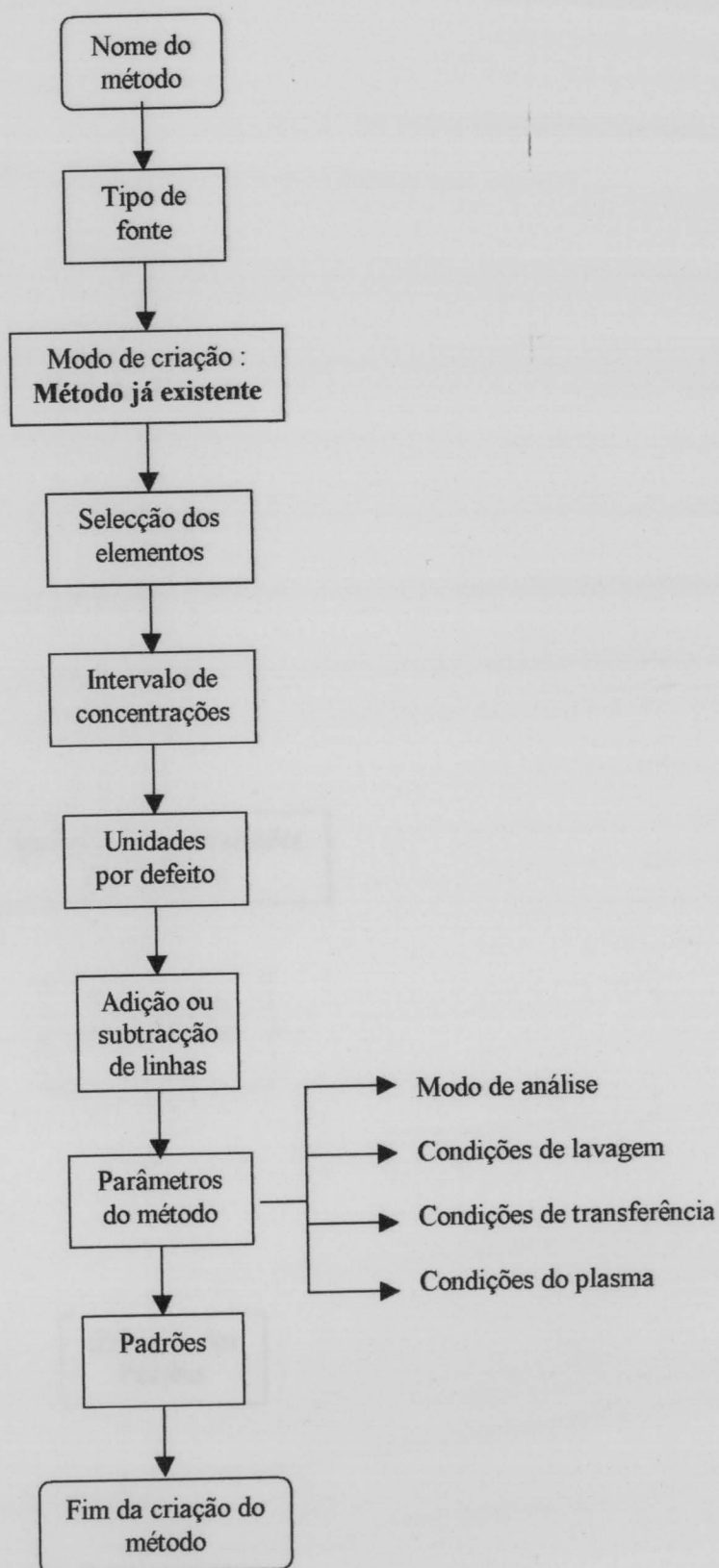
Método criado a partir da matriz



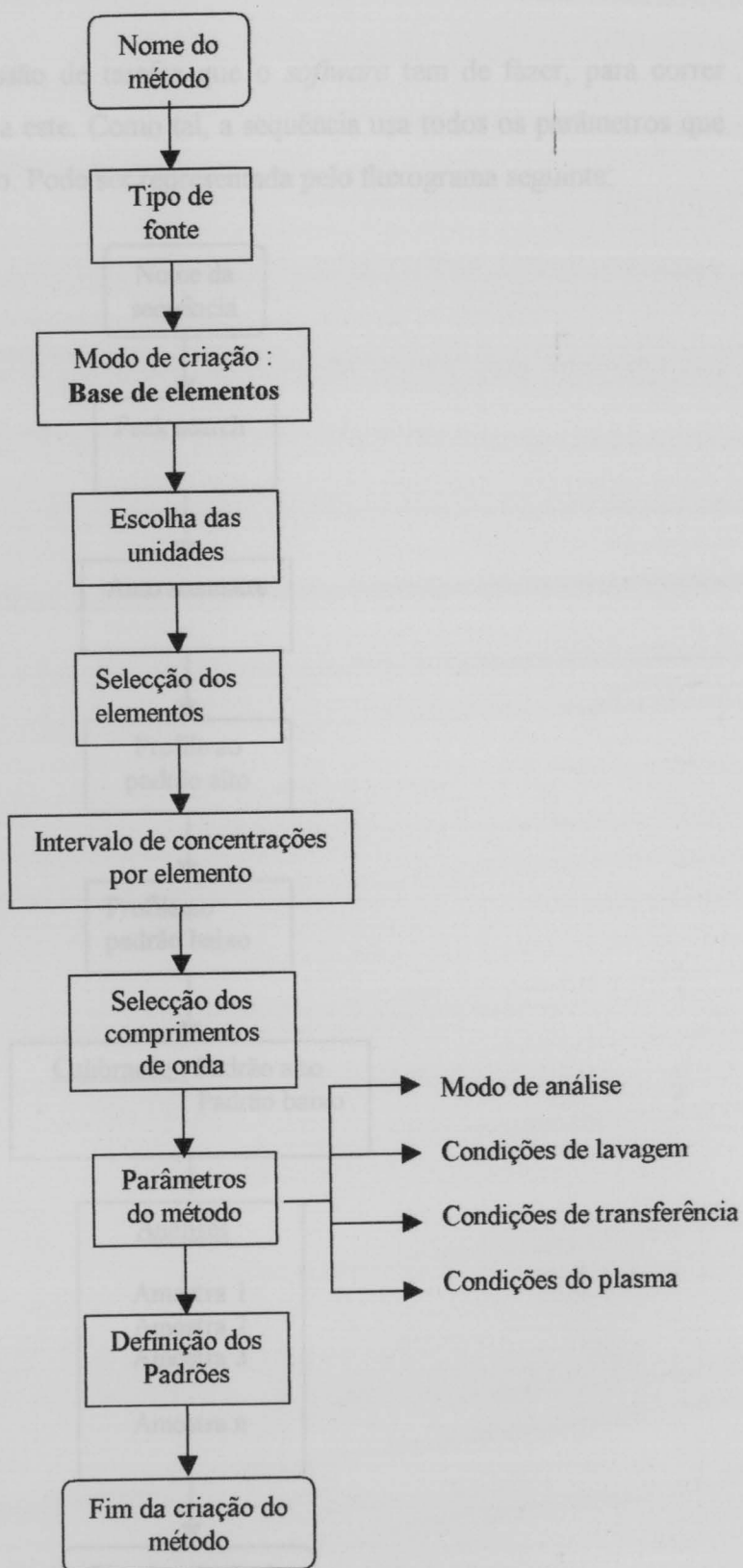
Método criado a partir de padrões



Método criado a partir de um método já existente

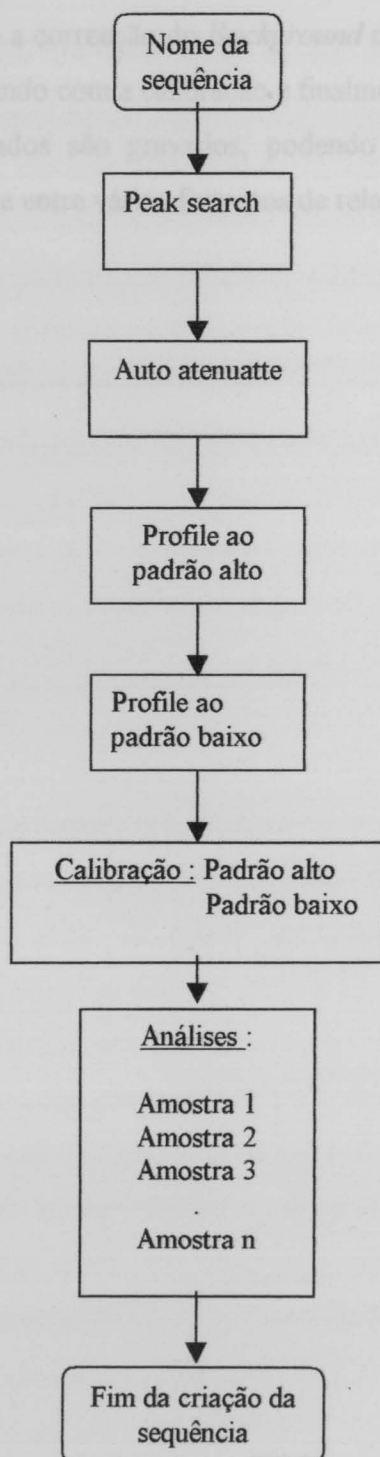


Método criado a partir da base de elementos



3.4 – CRIAÇÃO DA SEQUÊNCIA

Uma sequência é uma sucessão de tarefas que o *software* tem de fazer, para correr método e que está acoplada a este. Como tal, a sequência usa todos os parâmetros que foram predefinidos no método. Pode ser representada pelo fluxograma seguinte:



O *Peak Search* faz a localização do pico mediante os parâmetros definidos anteriormente no método.

O *Auto Attenuate* tem a função de diminuir o ruído de fundo dos picos, para melhorar a estabilidade.

O *Profile* é na prática um *peak search* a todos os elementos, mas que fica registado em gráfico.

Após o último *Profile* faz-se a correcção do *Background* no método. Depois prossegue-se com a sequência, continuando com a calibração e finalmente as análises.

Após as análises os resultados são gravados, podendo depois, para impressão dos resultados, seleccionar um de entre vários formatos de relatórios.

4- CONCLUSÃO

O método é um conjunto de elementos a serem analisados através dos seus comprimentos de onda e em associação com determinados parâmetros. Não há um método universal para analisar um dado elemento, tudo depende da matriz onde ele está incorporado e da percentagem com que ele existe na liga.

Para que o método funcione correctamente, devem estudar-se rigorosamente as condições operatórias para o tipo de aplicação que se pretende efectuar (meio aquoso ou meio orgânico, tipo de liga, elementos presentes e suas percentagens).

Deve fazer-se um estudo teórico dos comprimentos de onda e interferências do espectro, consoante o tipo de elementos presentes na amostra e a sua percentagem relativa.

O *software* do equipamento corre os comprimentos de onda seleccionados para cada elemento e transforma a sua leitura em gráfico, que permite visualizar se o comprimento de onda em questão é ou não adequado à análise que se pretende efectuar.

Para qualquer análise feita neste tipo de aparelho, deve trabalhar-se sempre com água ultra pura e padrões próprios do ICP. Só assim se podem conseguir os resultados ideais e próprios de um equipamento como este, pois estamos a falar de concentrações que vão até aos ppb (partes por bilião).

Foi feito o estudo de vários elementos (os disponíveis), para analisar o comportamento da curva de calibração a vários valores de concentração (entre 0 e 100 ppm, e entre 0 e 1000 ppm). Concluiu-se que a curva não é linear em todos os casos e em toda a gama. Deve então trabalhar-se com soluções diluídas até aos 10 ppm, pois até este valor tem-se a certeza de existir uma relação linear da concentração com a intensidade emitida.

Foi também feito o estudo do comportamento de cada elemento a vários comprimentos de onda. Concluiu-se que a emissão não é igual em todos os comprimentos de onda. Existem inclusivamente alguns em que não se consegue uma relação linear em nenhum intervalo da gama. Devem então, estes comprimentos de onda, ser excluídos do método. Quando se trabalhou com amostras de ligas, verificou-se que, os elementos presentes na amostra podem provocar interferências no espectro do elemento vizinho. Nesta situação, para um dado elemento, é importante seleccionar o comprimento de onda que sofra menos interferências dos elementos vizinhos.

Apêndice I – Bibliografia

- Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy
Spectral information Atlas
R.K.Winge, V.A. Fassel, 1985
Elsevier Science Publishing Company Inc. New York.

- Manual do operador do espectrômetro da Jobin Yvon,
Março 1998

- Manual de Software V5 do operador de ICP, Versão 1.0
Abril 2000

Apêndice II – Curvas de calibração

- Estudo, por elemento, da concentração versus intensidade, a vários comprimentos de onda, para valores de concentração entre 0 – 100 ppm e 0 – 1000 ppm.

Nota:

A apresentação deste apêndice, tem a formatação que o software do equipamento atribui a um relatório.

NI	Name	WLength	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1	Al	308.215	0.00	100.00	ppm	Manual
2	Al	396.152	0.00	100.00	ppm	Manual
3	Al	237.312	0.00	100.00	ppm	Manual
4	Al	304.401	0.00	100.00	ppm	Manual
5	Al	309.271	0.00	100.00	ppm	Manual

Analytical lines of the method (Concentration range)

NI	Name	WLength	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1	Al	308.215	0.00	100.00	ppm	Manual
2	Al	396.152	0.00	100.00	ppm	Manual
3	Al	237.312	0.00	100.00	ppm	Manual
4	Al	304.401	0.00	100.00	ppm	Manual
5	Al	309.271	0.00	100.00	ppm	Manual

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NI	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PMT	Coating
1	Al	308.215	Manual	No	500	100	Si
2	Al	396.152	Manual	No	570	1	Si
3	Al	237.312	Manual	No	500	10	Si
4	Al	304.401	Manual	No	520	1	Si
5	Al	309.271	Manual	No	570	100	Si

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NI	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PMT	Coating
1	Al	308.215	Manual	No	500	100	Si
2	Al	396.152	Manual	No	570	1	Si
3	Al	237.312	Manual	No	500	10	Si
4	Al	304.401	Manual	No	520	1	Si
5	Al	309.271	Manual	No	570	100	Si

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do AlMatrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 09-01-2001 11:55Last modification: 10-01-2001 12:19**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Al	308.215	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Al	396.152	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Al	237.312	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Al	394.401	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5.	Al	309.271	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Al	308.215	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Al	396.152	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Al	237.312	0.00	100.00	ppm	Mono
4.	Al	394.401	0.00	100.00	ppm	Mono
5.	Al	309.271	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Al	308.215	Manual	No	600	100	G1
2.	Al	396.152	Manual	No	570	1	G1
3.	Al	237.312	Manual	No	560	10	G1
4.	Al	394.401	Manual	No	620	1	G1
5.	Al	309.271	Manual	No	570	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
----	------	---------	--------------	--------------	--------------------	---------------	--------------	---------------	------------



Analytical method

1. AI	308.215	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
2. AI	396.152	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
3. AI	237.312	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
4. AI	394.401	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
5. AI	309.271	1	1	2.0	20	15	0.002 Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. AI	308.215	0.2	25	75	0.003
2. AI	396.152	0.2	25	75	0.003
3. AI	237.312	0.2	25	75	0.003
4. AI	394.401	0.2	25	75	0.003
5. AI	309.271	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. AI	308.215	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
2. AI	396.152	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
3. AI	237.312	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
4. AI	394.401	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
5. AI	309.271	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Analytical method

Plasma parameters

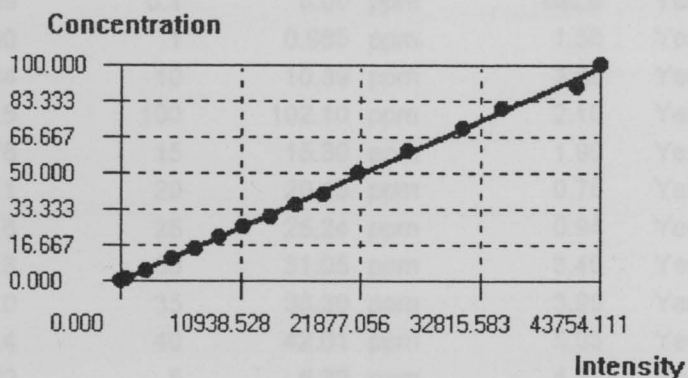
Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Al, 308.215 nm

Calibr. curve: $C = -0.17 + 0.00225 * X$

Parameters of curve

Sigma : 1.3419
BEC : 170 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99927
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	2.11	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.AI 0.1	17.28	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.AI 1	472.11	1	0.893 ppm	10.68	Yes
4.	P.AI 10	4604.61	10	10.20 ppm	2.02	Yes
5.	P.AI 100	43754.11	100	98.39 ppm	1.61	Yes
6.	P.AI 15	6783.33	15	15.11 ppm	0.73	Yes
7.	P.AI 20	8917.56	20	19.92 ppm	0.41	Yes
8.	P.AI 25	11132.83	25	24.91 ppm	0.37	Yes
9.	P.AI 30	13612.22	30	30.49 ppm	1.64	Yes
10.	P.AI 35	16040.83	35	35.96 ppm	2.75	Yes
11.	P.AI 40	18406.83	40	41.29 ppm	3.23	Yes
12.	P.AI 5	2313.00	5	5.04 ppm	0.80	Yes
13.	P.AI 50	21627.22	50	48.55 ppm	2.91	Yes
14.	P.AI 60	26191.17	60	58.83 ppm	1.95	Yes
15.	P.AI 70	31225.61	70	70.17 ppm	0.24	Yes
16.	P.AI 80	34749.94	80	78.11 ppm	2.37	Yes
17.	P.AI 90	41600.06	90	93.54 ppm	3.93	Yes

Analytical method

Line: Al, 396.152 nm

Calibr. curve: $C = -0.07 + 0.000024 * X$

Parameters of curve

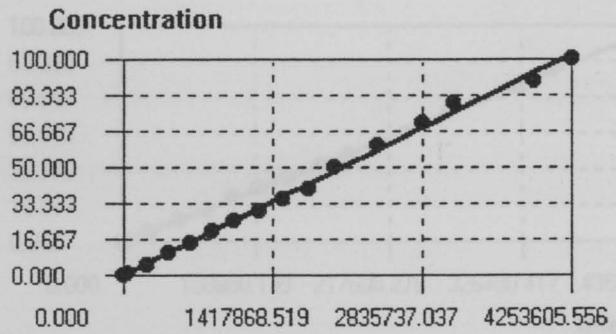
Sigma : 2.0732

BEC : 70 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99825

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	16.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.AI 0.1	1988.89	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.AI 1	43900.00	1	0.985 ppm	1.55	Yes
4.	P.AI 10	435394.44	10	10.39 ppm	3.88	Yes
5.	P.AI 100	4253605.5	100	102.10 ppm	2.10	Yes
6.	P.AI 15	639777.78	15	15.30 ppm	1.99	Yes
7.	P.AI 20	841811.11	20	20.15 ppm	0.75	Yes
8.	P.AI 25	1053516.6	25	25.24 ppm	0.94	Yes
9.	P.AI 30	1295383.3	30	31.05 ppm	3.49	Yes
10.	P.AI 35	1518050.0	35	36.39 ppm	3.98	Yes
11.	P.AI 40	1751944.4	40	42.01 ppm	5.03	Yes
12.	P.AI 5	220072.22	5	5.22 ppm	4.33	Yes
13.	P.AI 50	1993566.6	50	47.82 ppm	4.37	Yes
14.	P.AI 60	2413094.4	60	57.89 ppm	3.51	Yes
15.	P.AI 70	2835738.8	70	68.05 ppm	2.79	Yes
16.	P.AI 80	3131972.2	80	75.16 ppm	6.05	Yes
17.	P.AI 90	3892961.1	90	93.44 ppm	3.82	Yes

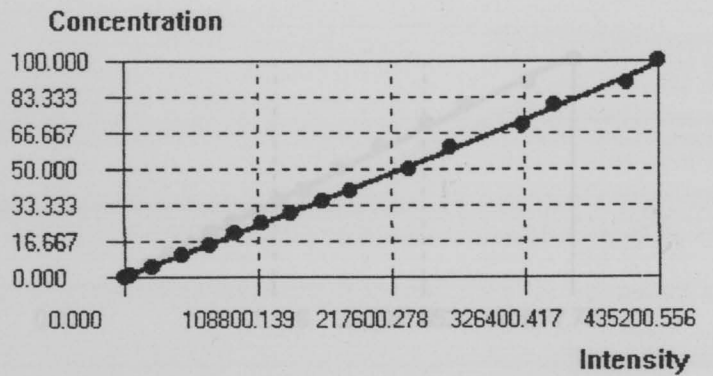
Analytical method

Line: Al, 237.312 nm

Calibr. curve: $C = 0.132 + 0.000216 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 1.2428
BEC : 132 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99942
Weight: not used

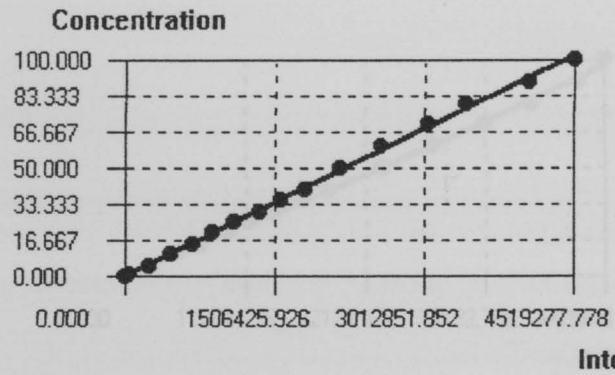


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0			Yes
2.	P.Al 0.1	98.33	0.1	0.153 ppm	53.10	Yes
3.	P.Al 1	4840.00	1	1.18 ppm	17.87	Yes
4.	P.Al 10	46150.56	10	10.12 ppm	1.19	Yes
5.	P.Al 100	435200.56	100	98.39 ppm	1.61	Yes
6.	P.Al 15	68322.22	15	14.93 ppm	0.50	Yes
7.	P.Al 20	89971.67	20	19.63 ppm	1.86	Yes
8.	P.Al 25	112122.22	25	24.45 ppm	2.18	Yes
9.	P.Al 30	136405.00	30	29.76 ppm	0.79	Yes
10.	P.Al 35	161355.00	35	35.24 ppm	0.69	Yes
11.	P.Al 40	183858.89	40	40.21 ppm	0.53	Yes
12.	P.Al 5	23135.56	5	5.14 ppm	2.73	Yes
13.	P.Al 50	231632.22	50	50.85 ppm	1.71	Yes
14.	P.Al 60	264858.33	60	58.35 ppm	2.75	Yes
15.	P.Al 70	324899.44	70	72.12 ppm	3.03	Yes
16.	P.Al 80	350662.22	80	78.14 ppm	2.33	Yes
17.	P.Al 90	410223.33	90	92.32 ppm	2.57	Yes

Analytical method

Line: Al, 394.401 nm**Calibr. curve:** $C = 0.133 + 0.0000226 * X$ Parameters of curve

Sigma : 1.2111
BEC : 133 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.9994
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	61.11	0	0.134 ppm		Yes
2.	P.AI 0.1	1805.56	0.1	0.174 ppm	73.52	Yes
3.	P.AI 1	45988.89	1	1.17 ppm	17.00	Yes
4.	P.AI 10	453044.44	10	10.35 ppm	3.51	Yes
5.	P.AI 100	4519277.7	100	102.06 ppm	2.06	Yes
6.	P.AI 15	665383.33	15	15.14 ppm	0.93	Yes
7.	P.AI 20	873672.22	20	19.84 ppm	0.81	Yes
8.	P.AI 25	1099805.5	25	24.94 ppm	0.25	Yes
9.	P.AI 30	1346100.0	30	30.49 ppm	1.64	Yes
10.	P.AI 35	1571194.4	35	35.57 ppm	1.63	Yes
11.	P.AI 40	1806266.6	40	40.87 ppm	2.18	Yes
12.	P.AI 5	228272.22	5	5.28 ppm	5.63	Yes
13.	P.AI 50	2155883.3	50	48.76 ppm	2.48	Yes
14.	P.AI 60	2585166.6	60	58.44 ppm	2.60	Yes
15.	P.AI 70	3050172.2	70	68.93 ppm	1.53	Yes
16.	P.AI 80	3423916.6	80	77.36 ppm	3.30	Yes
17.	P.AI 90	4055077.7	90	91.59 ppm	1.77	Yes

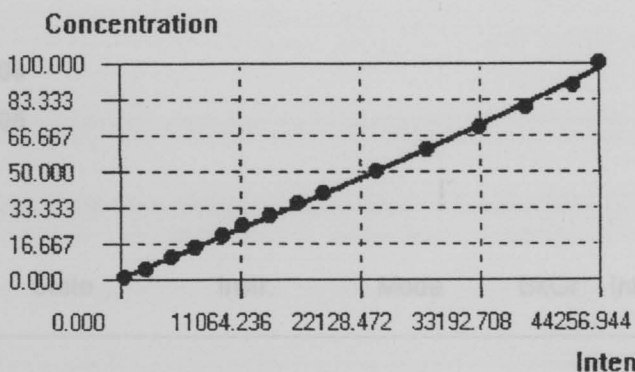
Analytical method

Line: Al, 309.271 nm

Calibr. curve: $C = 0.548 + 0.00206 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 1.0986
 BEC : 548 ppb
 LOD : ***
 Correl. : 0.99954
 Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Al 0.1		0.1	ppm	367.0	Yes
3.	P.Al 1	419.33	1	1.41 ppm	41.03	Yes
4.	P.Al 10	4676.39	10	10.17 ppm	1.67	Yes
5.	P.Al 100	44256.94	100	97.48 ppm	2.52	Yes
6.	P.Al 15	6920.39	15	14.79 ppm	1.37	Yes
7.	P.Al 20	9522.22	20	20.18 ppm	0.89	Yes
8.	P.Al 25	11297.44	25	23.87 ppm	4.53	Yes
9.	P.Al 30	13866.78	30	29.23 ppm	2.56	Yes
10.	P.Al 35	16294.72	35	34.34 ppm	1.90	Yes
11.	P.Al 40	18626.11	40	39.27 ppm	1.81	Yes
12.	P.Al 5	2310.33	5	5.30 ppm	5.95	Yes
13.	P.Al 50	23570.72	50	49.89 ppm	0.21	Yes
14.	P.Al 60	28232.61	60	60.12 ppm	0.21	Yes
15.	P.Al 70	33237.28	70	71.39 ppm	1.98	Yes
16.	P.Al 80	37485.00	80	81.22 ppm	1.52	Yes
17.	P.Al 90	41822.33	90	91.54 ppm	1.72	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Nº	Name	WLength	M	C	Int. time	Entr.	Exit	Inc.	Anst. mode
		points	points	points	(sec)	slit	slit	(nm)	
1.	Al	309.271	Manual	No		610		10	G1
2.	Al	309.152	Manual	No		430		1	G1
3.	Al	237.312	Manual	No		570		1	G1
4.	Al	309.401	Manual	No		400		1	G1
5.	Al	309.271	Manual	No		580		10	G1

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do Al 2Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 10-01-2001 12:09Last modification: 10-01-2001 17:05

Lines	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)		
NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal	
1. Al	308.215	Analysis	Mono	Manual	Yes	No	
2. Al	396.152	Analysis	Mono	Manual	Yes	No	
3. Al	237.312	Analysis	Mono	Manual	Yes	No	
4. Al	394.401	Analysis	Mono	Manual	Yes	No	
5. Al	309.271	Analysis	Mono	Manual	Yes	No	

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Al	308.215	0.00	1000.00	ppm	Mono
2. Al	396.152	0.00	1000.00	ppm	Mono
3. Al	237.312	0.00	1000.00	ppm	Mono
4. Al	394.401	0.00	1000.00	ppm	Mono
5. Al	309.271	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Al	308.215	Manual	No	610	10	G1
2. Al	396.152	Manual	No	430	1	G1
3. Al	237.312	Manual	No	570	1	G1
4. Al	394.401	Manual	No	460	1	G1
5. Al	309.271	Manual	No	580	10	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
---------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	------------

Analytical method

1. Al	308.215	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
2. Al	396.152	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
3. Al	237.312	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
4. Al	394.401	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
5. Al	309.271	1	1	2.0	20	15	0.002 Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Al	308.215	0.2	25	75	0.003
2. Al	396.152	0.2	25	75	0.003
3. Al	237.312	0.2	25	75	0.003
4. Al	394.401	0.2	25	75	0.003
5. Al	309.271	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int. time		Small window	Large window	Increment (nm)
				normal	fast			
1. Al	308.215	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Al	396.152	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Al	237.312	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Al	394.401	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
5. Al	309.271	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Analytical method

Plasma parameters

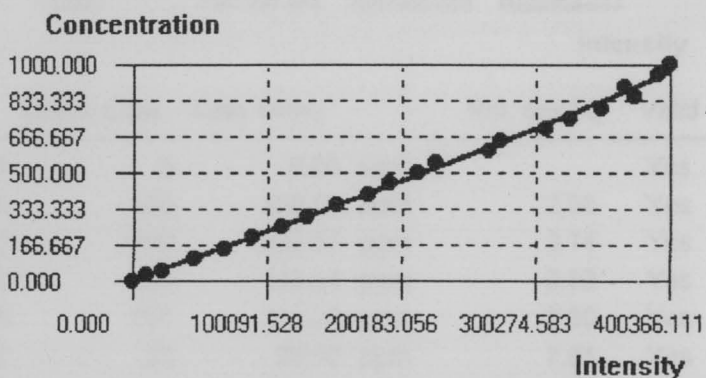
Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Al, 308.215 nm

Calibr. curve: $C = 1.79 + 0.00225 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 20.077
BEC : 1.79 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.9983
Weight: not used



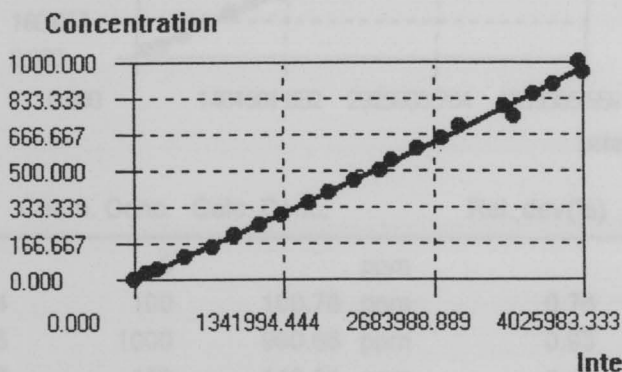
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	3.33	0	1.80 ppm		Yes
2.	P.AI 100	45839.44	100	105.15 ppm	5.15	Yes
3.	P.AI 1000	400366.11	1000	964.27 ppm	3.57	Yes
4.	P.AI 150	68303.89	150	155.96 ppm	3.97	Yes
5.	P.AI 200	87973.33	200	200.61 ppm	0.31	Yes
6.	P.AI 25	10943.33	25	26.45 ppm	5.79	Yes
7.	P.AI 250	109978.33	250	250.80 ppm	0.32	Yes
8.	P.AI 300	129041.11	300	294.51 ppm	1.83	Yes
9.	P.AI 350	151178.33	350	345.61 ppm	1.25	Yes
10.	P.AI 400	175313.33	400	401.81 ppm	0.45	Yes
11.	P.AI 450	191766.11	450	440.44 ppm	2.12	Yes
12.	P.AI 50	22045.00	50	51.46 ppm	2.93	Yes
13.	P.AI 500	211406.11	500	486.95 ppm	2.61	Yes
14.	P.AI 550	225821.11	550	521.37 ppm	5.21	Yes
15.	P.AI 600	264847.22	600	615.95 ppm	2.66	Yes
16.	P.AI 650	273782.22	650	637.91 ppm	1.86	Yes
17.	P.AI 700	307710.00	700	722.47 ppm	3.81	Yes

Analytical method

18.	P.AI 750	325713.33	750	768.14 ppm	2.42	Yes
19.	P.AI 800	348387.22	800	826.51 ppm	3.31	Yes
20.	P.AI 850	374302.22	850	894.48 ppm	5.23	Yes
21.	P.AI 900	365986.11	900	872.52 ppm	3.05	Yes
22.	P.AI 950	391304.44	950	939.83 ppm	1.07	Yes

Line: Al, 396.152 nm**Calibr. curve:** $C = -1.49 + 0.000219 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve

Sigma : 18.857
BEC : 1.49 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.9985
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	11.11	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.AI 100	466900.00	100	102.08 ppm	2.08	Yes
3.	P.AI 1000	3998772.2	1000	962.57 ppm	3.74	Yes
4.	P.AI 150	703322.22	150	155.44 ppm	3.62	Yes
5.	P.AI 200	903988.89	200	201.20 ppm	0.60	Yes
6.	P.AI 25	111816.67	25	23.10 ppm	7.61	Yes
7.	P.AI 250	1132888.8	250	253.94 ppm	1.57	Yes
8.	P.AI 300	1328733.3	300	299.51 ppm	0.16	Yes
9.	P.AI 350	1572500.0	350	356.82 ppm	1.95	Yes
10.	P.AI 400	1756600.0	400	400.54 ppm	0.13	Yes
11.	P.AI 450	1969716.6	450	451.60 ppm	0.36	Yes
12.	P.AI 50	213922.22	50	45.67 ppm	8.66	Yes
13.	P.AI 500	2198483.3	500	506.96 ppm	1.39	Yes
14.	P.AI 550	2306200.0	550	533.23 ppm	3.05	Yes
15.	P.AI 600	2542388.8	600	591.27 ppm	1.46	Yes
16.	P.AI 650	2757861.1	650	644.74 ppm	0.81	Yes
17.	P.AI 700	2904972.2	700	681.55 ppm	2.64	Yes
18.	P.AI 750	3406894.4	750	808.88 ppm	7.85	Yes
19.	P.AI 800	3312283.3	800	784.67 ppm	1.92	Yes
20.	P.AI 850	3578333.3	850	853.01 ppm	0.35	Yes
21.	P.AI 900	3759533.3	900	899.99 ppm	0.001	Yes
22.	P.AI 950	4025983.3	950	969.73 ppm	2.08	Yes



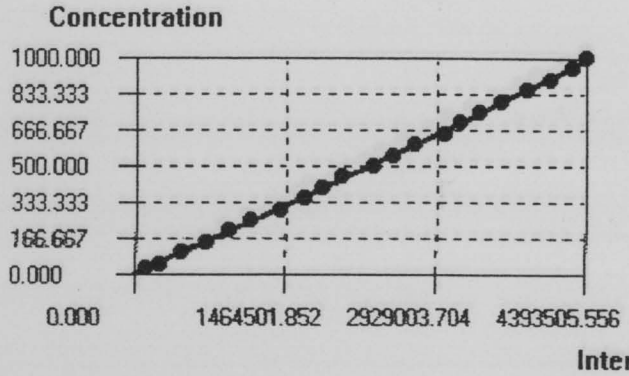
Analytical method

Line: Al, 237.312 nm

Calibr. curve: $C = 0.329 + 0.000216 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 7.2333
BEC : 329 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99978
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0			Yes
2.	P.Al 100	463894.44	100	100.76 ppm	0.76	Yes
3.	P.Al 1000	4393505.5	1000	990.66 ppm	0.93	Yes
4.	P.Al 150	687777.78	150	149.31 ppm	0.46	Yes
5.	P.Al 200	897505.56	200	194.88 ppm	2.56	Yes
6.	P.Al 25	121627.78	25	26.65 ppm	6.60	Yes
7.	P.Al 250	1120538.8	250	243.46 ppm	2.61	Yes
8.	P.Al 300	1413383.3	300	307.50 ppm	2.50	Yes
9.	P.Al 350	1641711.1	350	357.65 ppm	2.19	Yes
10.	P.Al 400	1805505.5	400	393.78 ppm	1.56	Yes
11.	P.Al 450	1994483.3	450	435.63 ppm	3.19	Yes
12.	P.Al 50	243044.44	50	52.93 ppm	5.86	Yes
13.	P.Al 500	2319577.7	500	508.10 ppm	1.62	Yes
14.	P.Al 550	2511527.7	550	551.21 ppm	0.22	Yes
15.	P.Al 600	2722105.5	600	598.80 ppm	0.20	Yes
16.	P.Al 650	3006088.8	650	663.51 ppm	2.08	Yes
17.	P.Al 700	3154927.7	700	697.70 ppm	0.33	Yes
18.	P.Al 750	3355505.5	750	744.08 ppm	0.79	Yes
19.	P.Al 800	3573894.4	800	795.01 ppm	0.62	Yes
20.	P.Al 850	3805788.8	850	849.62 ppm	0.045	Yes
21.	P.Al 900	4038144.4	900	904.91 ppm	0.55	Yes
22.	P.Al 950	4261055.5	950	958.52 ppm	0.90	Yes

Analytical method

Line: Al, 394.401 nmCalibr. curve: $C = 0.544 + 0.000251 * X$ Parameters of curve

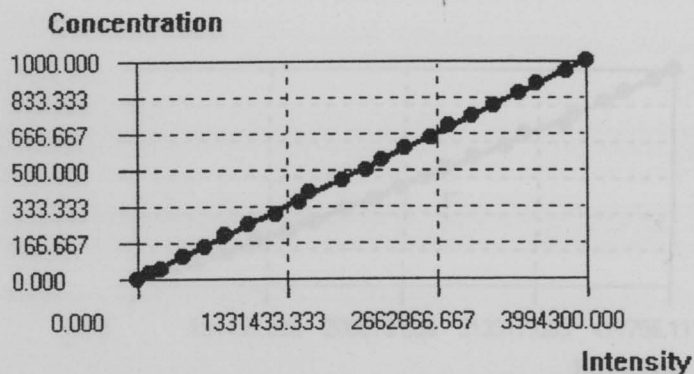
Sigma : 6.2977

BEC : 544 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99982

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	11.11	0	0.547 ppm		Yes
2.	P.AI 100	396105.56	100	99.84 ppm	0.16	Yes
3.	P.AI 1000	3994300.0	1000	1001.82 ppm	0.18	Yes
4.	P.AI 150	595677.78	150	149.87 ppm	0.089	Yes
5.	P.AI 200	765394.44	200	192.41 ppm	3.79	Yes
6.	P.AI 25	104644.44	25	26.78 ppm	7.10	Yes
7.	P.AI 250	978372.22	250	245.80 ppm	1.68	Yes
8.	P.AI 300	1220183.3	300	306.42 ppm	2.14	Yes
9.	P.AI 350	1431877.7	350	359.48 ppm	2.71	Yes
10.	P.AI 400	1531294.4	400	384.40 ppm	3.90	Yes
11.	P.AI 450	1818155.5	450	456.31 ppm	1.40	Yes
12.	P.AI 50	204200.00	50	51.73 ppm	3.46	Yes
13.	P.AI 500	2031494.4	500	509.79 ppm	1.96	Yes
14.	P.AI 550	2180005.5	550	547.02 ppm	0.54	Yes
15.	P.AI 600	2387772.2	600	599.10 ppm	0.15	Yes
16.	P.AI 650	2608338.8	650	654.39 ppm	0.68	Yes
17.	P.AI 700	2770100.0	700	694.94 ppm	0.72	Yes
18.	P.AI 750	2975566.6	750	746.45 ppm	0.47	Yes
19.	P.AI 800	3176783.3	800	796.89 ppm	0.39	Yes
20.	P.AI 850	3392450.0	850	850.95 ppm	0.11	Yes
21.	P.AI 900	3562838.8	900	893.67 ppm	0.70	Yes
22.	P.AI 950	3812972.2	950	956.37 ppm	0.67	Yes

Analytical method

Line: Al, 309.271 nmCalibr. curve: $C = -1.47 + 0.00203 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve

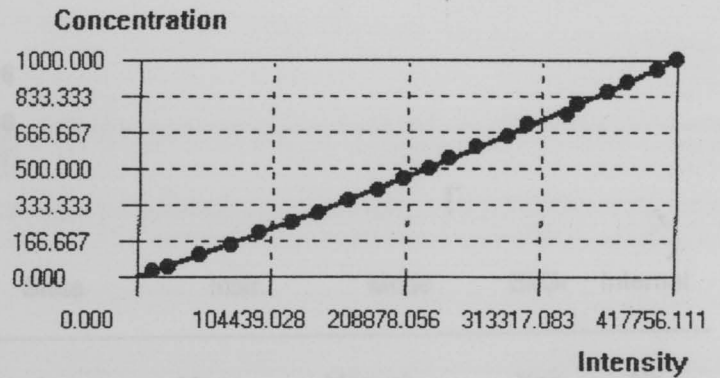
Sigma : 7.6897

BEC : 1.47 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99975

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Al 100	49496.67	100	101.22 ppm	1.22	Yes
3.	P.Al 1000	417756.11	1000	998.48 ppm	0.15	Yes
4.	P.Al 150	73656.11	150	152.88 ppm	1.92	Yes
5.	P.Al 200	94950.00	200	199.25 ppm	0.37	Yes
6.	P.Al 25	12252.78	25	23.56 ppm	5.77	Yes
7.	P.Al 250	119775.56	250	254.31 ppm	1.72	Yes
8.	P.Al 300	139078.89	300	297.86 ppm	0.71	Yes
9.	P.Al 350	163508.33	350	353.89 ppm	1.11	Yes
10.	P.Al 400	185345.00	400	404.86 ppm	1.21	Yes
11.	P.Al 450	205606.11	450	452.89 ppm	0.64	Yes
12.	P.Al 50	24421.67	50	48.67 ppm	2.67	Yes
13.	P.Al 500	225299.44	500	500.25 ppm	0.05	Yes
14.	P.Al 550	240455.00	550	537.16 ppm	2.34	Yes
15.	P.Al 600	263046.11	600	592.91 ppm	1.18	Yes
16.	P.Al 650	287121.11	650	653.30 ppm	0.51	Yes
17.	P.Al 700	302043.33	700	691.23 ppm	1.25	Yes
18.	P.Al 750	333832.78	750	773.33 ppm	3.11	Yes
19.	P.Al 800	340682.22	800	791.25 ppm	1.09	Yes
20.	P.Al 850	363244.44	850	850.85 ppm	0.10	Yes
21.	P.Al 900	379541.11	900	894.44 ppm	0.62	Yes
22.	P.Al 950	401641.67	950	954.30 ppm	0.45	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Line name	VLength	M	D	Int.time	Exp.	Exp.	Integ.	Anal. mode
	points	points		(sec)	sl	sl	(ppm)	

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do CrMatrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 14-02-2001 14:16Last modification: 14-02-2001 15:36

Lines							
NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Cr	205.552	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Cr	206.149	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Cr	267.716	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Cr	283.563	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5.	Cr	284.325	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Cr	205.552	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Cr	206.149	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Cr	267.716	0.00	100.00	ppm	Mono
4.	Cr	283.563	0.00	100.00	ppm	Mono
5.	Cr	284.325	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Cr	205.552	Manual	No	570	1	G1
2.	Cr	206.149	Manual	No	580	1	G1
3.	Cr	267.716	Manual	No	580	1	G1
4.	Cr	283.563	Manual	No	600	1	G1
5.	Cr	284.325	Manual	No	630	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
----	------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	------------

Analytical method

1. Cr	205.552	7	3	0.1	20	15	0.002 Gauss
2. Cr	206.149	7	3	0.1	20	15	0.002 Gauss
3. Cr	267.716	7	3	0.1	20	15	0.002 Gauss
4. Cr	283.563	7	3	0.1	20	15	0.002 Gauss
5. Cr	284.325	7	3	0.1	20	15	0.002 Gauss

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cr	205.552	0.2	15	51	0.003
2. Cr	206.149	0.2	15	51	0.003
3. Cr	267.716	0.2	15	51	0.003
4. Cr	283.563	0.2	15	51	0.003
5. Cr	284.325	0.2	15	51	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cr	205.552	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
2. Cr	206.149	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
3. Cr	267.716	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
4. Cr	283.563	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
5. Cr	284.325	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (20.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	20.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	20.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Analytical method

Plasma parameters

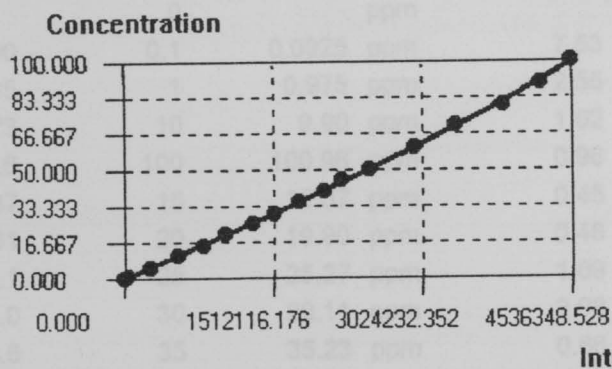
Power: 1100
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Cr, 205.552 nm

Calibr. curve: $C = -0.0845 + 0.0000194 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 0.54089
BEC : 84.5 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99988
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	210.61	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Cr 0.1	1754.15	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Cr 1	49401.47	1	0.872 ppm	12.82	Yes
4.	P.Cr 10	537451.56	10	10.34 ppm	3.38	Yes
5.	P.Cr 100	4536348.5	100	99.12 ppm	0.88	Yes
6.	P.Cr 15	804619.59	15	15.55 ppm	3.69	Yes
7.	P.Cr 20	1023270.0	20	19.85 ppm	0.73	Yes
8.	P.Cr 25	1298265.5	25	25.31 ppm	1.25	Yes
9.	P.Cr 30	1512605.5	30	29.62 ppm	1.28	Yes
10.	P.Cr 35	1779030.4	35	35.04 ppm	0.11	Yes
11.	P.Cr 40	2023100.6	40	40.09 ppm	0.22	Yes
12.	P.Cr 45	2215798.1	45	44.13 ppm	1.92	Yes
13.	P.Cr 5	264187.26	5	5.03 ppm	0.63	Yes
14.	P.Cr 50	2481262.2	50	49.81 ppm	0.38	Yes
15.	P.Cr 60	2953834.3	60	60.24 ppm	0.40	Yes
16.	P.Cr 70	3358879.0	70	69.56 ppm	0.63	Yes
17.	P.Cr 80	3837895.2	80	81.11 ppm	1.38	Yes

Analytical method

18. P.Cr 90 4211888.4 90 90.56 ppm 0.63 Yes

Line: Cr, 206.149 nm

Calibr. curve: $C = 0.0556 + 0.0000205 * X + 0 * X*X$

Parameters of curve

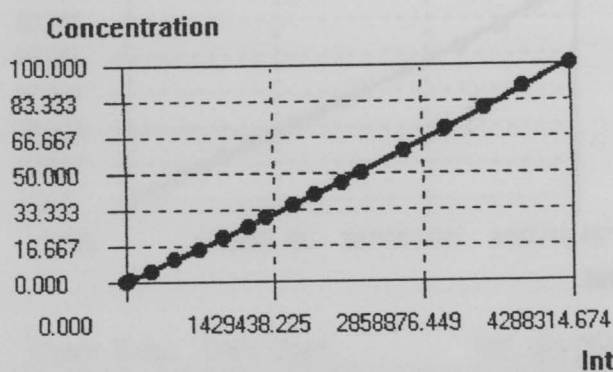
Sigma : 0.54137

BEC : 55.6 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99988

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Cr 0.1	1797.90	0.1	0.0925 ppm	7.53	Yes
3.	P.Cr 1	44725.35	1	0.975 ppm	2.55	Yes
4.	P.Cr 10	472132.73	10	9.90 ppm	1.02	Yes
5.	P.Cr 100	4288314.6	100	100.96 ppm	0.96	Yes
6.	P.Cr 15	714250.37	15	15.07 ppm	0.45	Yes
7.	P.Cr 20	937345.91	20	19.90 ppm	0.48	Yes
8.	P.Cr 25	1181369.1	25	25.27 ppm	1.09	Yes
9.	P.Cr 30	1353256.0	30	29.11 ppm	2.98	Yes
10.	P.Cr 35	1624220.6	35	35.23 ppm	0.66	Yes
11.	P.Cr 40	1831745.7	40	39.99 ppm	0.017	Yes
12.	P.Cr 45	2079411.7	45	45.76 ppm	1.68	Yes
13.	P.Cr 5	240134.63	5	5.02 ppm	0.45	Yes
14.	P.Cr 50	2267596.4	50	50.19 ppm	0.38	Yes
15.	P.Cr 60	2691199.9	60	60.36 ppm	0.60	Yes
16.	P.Cr 70	3078264.2	70	69.87 ppm	0.19	Yes
17.	P.Cr 80	3458908.5	80	79.43 ppm	0.72	Yes
18.	P.Cr 90	3829538.0	90	88.93 ppm	1.19	Yes

Analytical method

Line: Cr, 267.716 nmCalibr. curve: $C = 0.0545 + 0.0000205 * X + 0 * X*X*X$ Parameters of curve

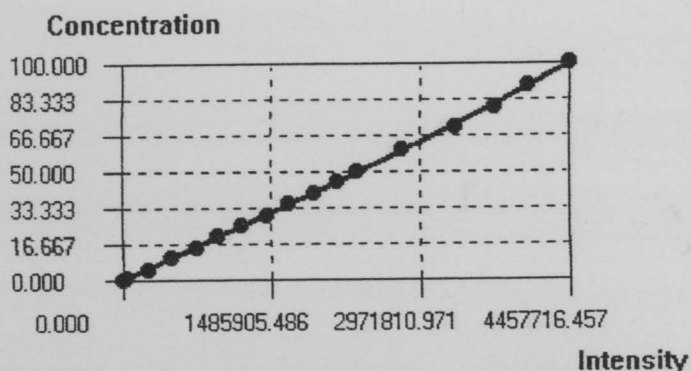
Sigma : 0.68153

BEC : 54.5 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99981

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0.00	0	0.0545 ppm		Yes
2.	P.Cr 0.1	1420.82	0.1	0.0836 ppm	16.44	Yes
3.	P.Cr 1	47394.00	1	1.03 ppm	2.52	Yes
4.	P.Cr 10	493926.07	10	10.18 ppm	1.82	Yes
5.	P.Cr 100	4457716.4	100	99.67 ppm	0.33	Yes
6.	P.Cr 15	741960.82	15	15.29 ppm	1.93	Yes
7.	P.Cr 20	966600.42	20	19.94 ppm	0.31	Yes
8.	P.Cr 25	1191621.5	25	24.62 ppm	1.52	Yes
9.	P.Cr 30	1450370.5	30	30.05 ppm	0.16	Yes
10.	P.Cr 35	1661760.3	35	34.52 ppm	1.37	Yes
11.	P.Cr 40	1924344.4	40	40.14 ppm	0.34	Yes
12.	P.Cr 45	2141933.3	45	44.85 ppm	0.34	Yes
13.	P.Cr 5	249600.17	5	5.17 ppm	3.36	Yes
14.	P.Cr 50	2352372.9	50	49.46 ppm	1.09	Yes
15.	P.Cr 60	2789637.8	60	59.23 ppm	1.29	Yes
16.	P.Cr 70	3326843.6	70	71.65 ppm	2.36	Yes
17.	P.Cr 80	3722651.1	80	81.14 ppm	1.43	Yes
18.	P.Cr 90	4042374.2	90	89.05 ppm	1.06	Yes

Analytical method

Line: Cr, 283.563 nm

Calibr. curve: $C = -0.18 + 0.0000193 * X + 0 * X^2 * X$

Parameters of curve

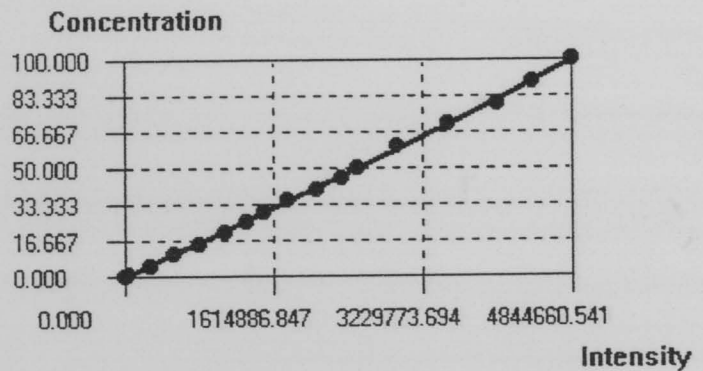
Sigma : 0.81327

BEC : 180 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99973

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	710.61	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Cr 0.1	1000.00	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Cr 1	51613.87	1	0.816 ppm	18.35	Yes
4.	P.Cr 10	538405.85	10	10.22 ppm	2.19	Yes
5.	P.Cr 100	4844660.5	100	99.59 ppm	0.41	Yes
6.	P.Cr 15	817549.10	15	15.63 ppm	4.18	Yes
7.	P.Cr 20	1074119.7	20	20.62 ppm	3.08	Yes
8.	P.Cr 25	1309289.5	25	25.21 ppm	0.84	Yes
9.	P.Cr 30	1518704.6	30	29.32 ppm	2.26	Yes
10.	P.Cr 35	1758970.7	35	34.06 ppm	2.67	Yes
11.	P.Cr 40	2085689.2	40	40.57 ppm	1.43	Yes
12.	P.Cr 45	2365431.3	45	46.20 ppm	2.66	Yes
13.	P.Cr 5	268099.01	5	5.00 ppm	0.096	Yes
14.	P.Cr 50	2535381.6	50	49.65 ppm	0.71	Yes
15.	P.Cr 60	2963861.4	60	58.45 ppm	2.58	Yes
16.	P.Cr 70	3497695.6	70	69.68 ppm	0.46	Yes
17.	P.Cr 80	4045193.7	80	81.54 ppm	1.92	Yes
18.	P.Cr 90	4419626.3	90	89.88 ppm	0.14	Yes

Analytical method

Line: Cr, 284.325 nm

Calibr. curve: $C = -0.225 + 0.0000193 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

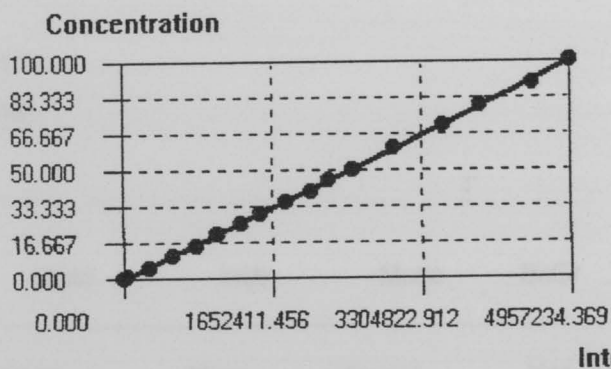
Sigma : 0.58844

BEC : 225 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99986

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	666.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Cr 0.1	2000.00	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Cr 1	52449.79	1	0.787 ppm	21.35	Yes
4.	P.Cr 10	548659.27	10	10.40 ppm	4.05	Yes
5.	P.Cr 100	4957234.3	100	99.74 ppm	0.26	Yes
6.	P.Cr 15	801166.49	15	15.33 ppm	2.22	Yes
7.	P.Cr 20	1038175.0	20	19.98 ppm	0.10	Yes
8.	P.Cr 25	1304793.2	25	25.23 ppm	0.92	Yes
9.	P.Cr 30	1531120.9	30	29.71 ppm	0.97	Yes
10.	P.Cr 35	1813249.3	35	35.32 ppm	0.90	Yes
11.	P.Cr 40	2088585.2	40	40.82 ppm	2.04	Yes
12.	P.Cr 45	2280357.3	45	44.66 ppm	0.75	Yes
13.	P.Cr 5	274109.75	5	5.07 ppm	1.44	Yes
14.	P.Cr 50	2535384.3	50	49.80 ppm	0.40	Yes
15.	P.Cr 60	2994245.0	60	59.10 ppm	1.50	Yes
16.	P.Cr 70	3547967.5	70	70.42 ppm	0.61	Yes
17.	P.Cr 80	3963612.6	80	79.00 ppm	1.26	Yes
18.	P.Cr 90	4546762.4	90	91.13 ppm	1.25	Yes



Analytical method

Analytical method: M.Calibração do Cu

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 21-11-2000 14:17

Last modification: 21-11-2000 17:18

Lines

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Cu	213.598	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Cu	224.700	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Cu	327.396	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Cu	213.598	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Cu	224.700	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Cu	324.754	0.00	100.00	ppm	Mono
4.	Cu	327.396	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Cu	213.598	Manual	No	640	1	G1
2.	Cu	224.700	Manual	No	600	1	G1
3.	Cu	324.754	Manual	No	500	1	G1
4.	Cu	327.396	Manual	No	550	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Cu	213.598	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2.	Cu	224.700	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3.	Cu	324.754	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4.	Cu	327.396	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	213.598	0.2	15	51	0.003
2. Cu	224.700	0.2	15	51	0.003
3. Cu	324.754	0.2	15	51	0.003
4. Cu	327.396	0.2	15	51	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Cu	213.598	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
2. Cu	224.700	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
3. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
4. Cu	327.396	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Analytical method

Plasma parameters

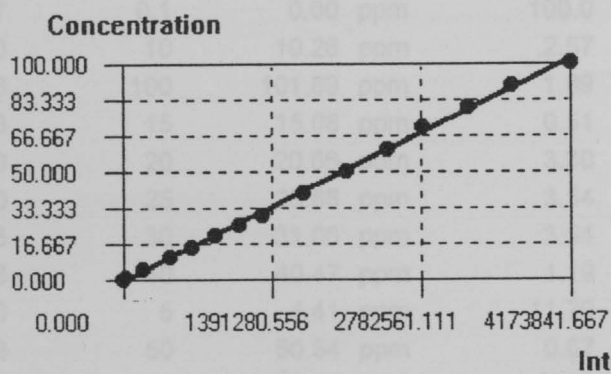
Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Cu, 213.598 nm

Calibr. curve: $C = -0.515 + 0.0000245 * X$

Parameters of curve

Sigma : 1.2114
BEC : 515 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99944
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	branco	3566.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Cu 1	19041.67	1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Cu 0.1	4225.00	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
4.	P.Cu 10	445291.67	10	10.41 ppm	4.14	Yes
5.	P.Cu 100	4173841.6	100	101.93 ppm	1.93	Yes
6.	P.Cu 15	640075.00	15	15.20 ppm	1.30	Yes
7.	P.Cu 20	868575.00	20	20.80 ppm	4.02	Yes
8.	P.Cu 25	1086858.3	25	26.16 ppm	4.64	Yes
9.	P.Cu 30	1302841.6	30	31.46 ppm	4.87	Yes
10.	P.Cu 40	1690250.0	40	40.97 ppm	2.43	Yes
11.	P.Cu 5	188991.67	5	4.12 ppm	17.53	Yes
12.	P.Cu 50	2081458.3	50	50.57 ppm	1.15	Yes
13.	P.Cu 60	2468066.6	60	60.06 ppm	0.10	Yes
14.	P.Cu 70	2804791.6	70	68.33 ppm	2.39	Yes
15.	P.Cu 80	3213408.3	80	78.36 ppm	2.06	Yes
16.	P.Cu 90	3631266.6	90	88.61 ppm	1.54	Yes

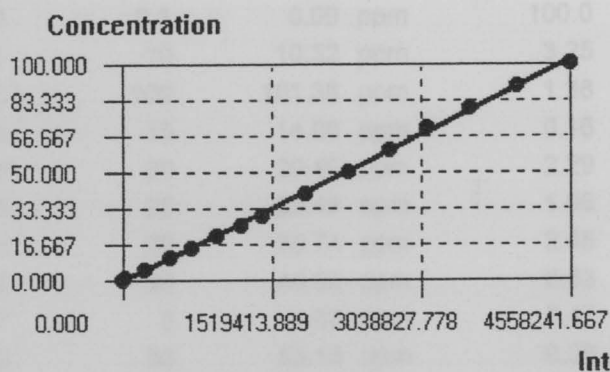
Analytical method

Line: Cu, 224.700 nm

Calibr. curve: $C = -0.245 + 0.0000217 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 1.0305
BEC : 245 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99963
Weight: not used



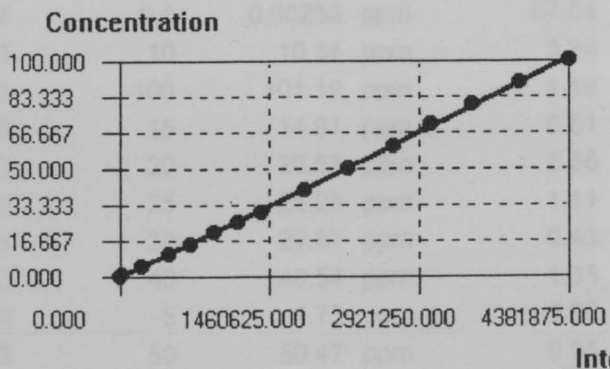
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	branco	4633.33	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Cu 1	23333.33	1	0.262 ppm	73.79	Yes
3.	P.Cu 0.1	5141.67	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
4.	P.Cu 10	481550.00	10	10.26 ppm	2.57	Yes
5.	P.Cu 100	4558241.6	100	101.89 ppm	1.89	Yes
6.	P.Cu 15	701558.33	15	15.08 ppm	0.51	Yes
7.	P.Cu 20	955500.00	20	20.66 ppm	3.30	Yes
8.	P.Cu 25	1192475.0	25	25.88 ppm	3.54	Yes
9.	P.Cu 30	1426541.6	30	31.06 ppm	3.54	Yes
10.	P.Cu 40	1850133.3	40	40.47 ppm	1.19	Yes
11.	P.Cu 5	213875.00	5	4.41 ppm	11.79	Yes
12.	P.Cu 50	2291433.3	50	50.34 ppm	0.67	Yes
13.	P.Cu 60	2717450.0	60	59.91 ppm	0.15	Yes
14.	P.Cu 70	3096866.6	70	68.48 ppm	2.17	Yes
15.	P.Cu 80	3532208.3	80	78.37 ppm	2.04	Yes
16.	P.Cu 90	4011491.6	90	89.31 ppm	0.76	Yes

Line: Cu, 324.754 nm

Calibr. curve: $C = -0.175 + 0.0000219 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 0.76865
BEC : 175 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99979
Weight: not used



Analytical method

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	branco	5016.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Cu 1	26225.00	1	0.40 ppm	60.03	Yes
3.	P.Cu 0.1	5550.00	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
4.	P.Cu 10	476216.67	10	10.32 ppm	3.25	Yes
5.	P.Cu 100	4381875.0	100	101.38 ppm	1.38	Yes
6.	P.Cu 15	685283.33	15	14.98 ppm	0.16	Yes
7.	P.Cu 20	930225.00	20	20.46 ppm	2.29	Yes
8.	P.Cu 25	1153741.6	25	25.49 ppm	1.96	Yes
9.	P.Cu 30	1385525.0	30	30.74 ppm	2.46	Yes
10.	P.Cu 40	1805625.0	40	40.33 ppm	0.83	Yes
11.	P.Cu 5	218516.67	5	4.63 ppm	7.47	Yes
12.	P.Cu 50	2232508.3	50	50.18 ppm	0.36	Yes
13.	P.Cu 60	2662766.6	60	60.22 ppm	0.36	Yes
14.	P.Cu 70	3029241.6	70	68.85 ppm	1.64	Yes
15.	P.Cu 80	3440283.3	80	78.62 ppm	1.72	Yes
16.	P.Cu 90	3897783.3	90	89.62 ppm	0.42	Yes

Line: Cu, 327.396 nm

Calibr. curve: $C = -0.118 + 0.0000204 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

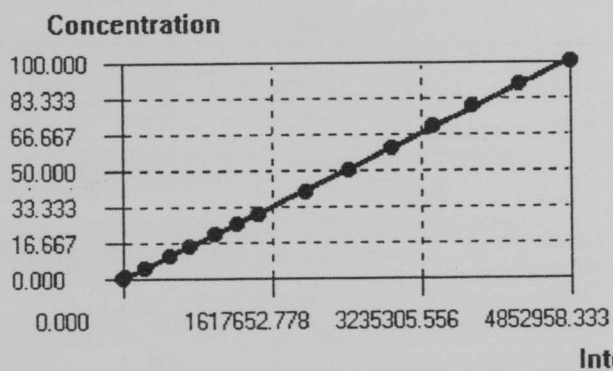
Sigma : 0.69045

BEC : 118 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99983

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	branco	5425.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Cu 1	29775.00	1	0.49 ppm	51.04	Yes
3.	P.Cu 0.1	5891.67	0.1	0.00235 ppm	97.65	Yes
4.	P.Cu 10	511325.00	10	10.34 ppm	3.38	Yes
5.	P.Cu 100	4852958.3	100	101.19 ppm	1.19	Yes
6.	P.Cu 15	734100.00	15	14.91 ppm	0.61	Yes
7.	P.Cu 20	1007350.0	20	20.53 ppm	2.65	Yes
8.	P.Cu 25	1237658.3	25	25.28 ppm	1.11	Yes
9.	P.Cu 30	1459891.6	30	29.87 ppm	0.43	Yes
10.	P.Cu 40	1974550.0	40	40.54 ppm	1.35	Yes
11.	P.Cu 5	238225.00	5	4.75 ppm	5.06	Yes
12.	P.Cu 50	2451333.3	50	50.47 ppm	0.95	Yes

Analytical method

13.	P.Cu 60	2915500.0	60	60.19 ppm	0.31	Yes
14.	P.Cu 70	3360758.3	70	69.54 ppm	0.65	Yes
15.	P.Cu 80	3780250.0	80	78.39 ppm	2.01	Yes
16.	P.Cu 90	4309825.0	90	89.62 ppm	0.42	Yes

Author: [faded]
 Created: 22-11-2000 16:31
 Last Modified: 22-11-2000 17:24

Lines

NN Name	WLength (nm)	State	Instr	Mode	BiGr	Internal
1. Cu	213.598	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Cu	224.700	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Cu	327.396	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Cu	213.598	0.00	1000.00	ppm	Mono
2. Cu	224.700	0.00	1000.00	ppm	Mono
3. Cu	324.754	0.00	1000.00	ppm	Mono
4. Cu	327.396	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Cu	213.598	Manual	No	450	1	G1
2. Cu	224.700	Manual	No	420	1	G1
3. Cu	324.754	Manual	No	350	1	G1
4. Cu	327.396	Manual	No	300	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Ext. slit	incr. (nm)	Anal. mode
1. Cu	213.598	1	1	2.0	20	80	0.002	Max
2. Cu	224.700	1	1	2.0	20	80	0.002	Max
3. Cu	324.754	1	1	2.0	20	80	0.003	Max
4. Cu	327.396	1	1	2.0	20	80	0.003	Max

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do Cu2Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 22-11-2000 14:31Last modification: 22-11-2000 17:24**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Cu	213.598	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Cu	224.700	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Cu	327.396	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Cu	213.598	0.00	1000.00	ppm	Mono
2.	Cu	224.700	0.00	1000.00	ppm	Mono
3.	Cu	324.754	0.00	1000.00	ppm	Mono
4.	Cu	327.396	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Cu	213.598	Manual	No	450	1	G1
2.	Cu	224.700	Manual	No	420	1	G1
3.	Cu	324.754	Manual	No	350	1	G1
4.	Cu	327.396	Manual	No	380	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Cu	213.598	1	1	2.0	20	80	0.002	Max
2.	Cu	224.700	1	1	2.0	20	80	0.002	Max
3.	Cu	324.754	1	1	2.0	20	80	0.003	Max
4.	Cu	327.396	1	1	2.0	20	80	0.003	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	213.598	0.2	25	75	0.003
2. Cu	224.700	0.2	25	75	0.003
3. Cu	324.754	0.2	25	75	0.003
4. Cu	327.396	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Cu	213.598	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Cu	224.700	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Cu	327.396	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (15.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

	WLength (nm)	Int. time (sec)	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)	Yield
1. P-Cu 100	201281.34	100	100	100.00 ppm	0.20	100	100	0.20	Yes
2. P-Cu 20	104029.57	20	20	19.82 ppm	0.89	20	20	0.89	Yes
3. P-Cu 200	1213478.5	200	200	245.16 ppm	1.24	200	200	1.24	Yes
4. P-Cu 300	1472885.7	300	300	301.17 ppm	0.39	300	300	0.39	Yes
5. P-Cu 300	1717885.7	300	300	354.94 ppm	1.41	300	300	1.41	Yes
6. P-Cu 400	1982750.0	400	400	393.85 ppm	1.31	400	400	1.31	Yes
7. P-Cu 400	2149071.4	400	400	452.19 ppm	0.49	400	400	0.49	Yes
8. P-Cu 50	282800.00	50	50	50.04 ppm	1.29	50	50	1.29	Yes
9. P-Cu 500	2384135.7	500	500	404.75 ppm	1.05	500	500	1.05	Yes
10. P-Cu 500	2594050.0	500	500	555.87 ppm	1.05	500	500	1.05	Yes
11. P-Cu 600	2753321.4	600	600	583.80 ppm	1.07	600	600	1.07	Yes
12. P-Cu 600	3010832.8	600	600	657.74 ppm	1.10	600	600	1.10	Yes
13. P-Cu 700	3189742.3	700	700	669.58 ppm	0.79	700	700	0.79	Yes

Analytical method

Plasma parameters

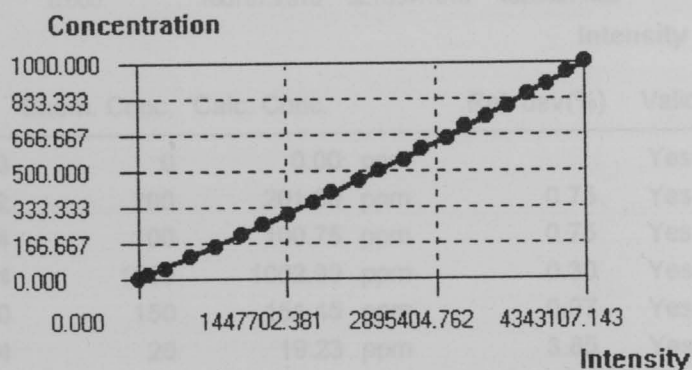
Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Cu, 213.598 nm

Calibr. curve: $C = -0.238 + 0.000192 * X + 0 * X*X$

Parameters of curve

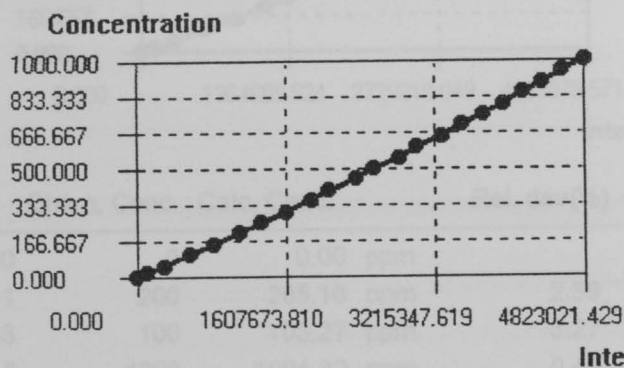
Sigma : 3.9576
BEC : 238 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99993
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	321.43	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.200	1000850.0	200	200.50 ppm	0.25	Yes
3.	P.Cu 100	516071.43	100	101.11 ppm	1.11	Yes
4.	P.Cu 1000	4343107.1	1000	996.02 ppm	0.40	Yes
5.	P.Cu 150	761257.14	150	150.87 ppm	0.58	Yes
6.	P.Cu 20	104028.57	20	19.82 ppm	0.89	Yes
7.	P.Cu 250	1212478.5	250	245.16 ppm	1.94	Yes
8.	P.Cu 300	1472885.7	300	301.17 ppm	0.39	Yes
9.	P.Cu 350	1717885.7	350	354.94 ppm	1.41	Yes
10.	P.Cu 400	1892750.0	400	393.95 ppm	1.51	Yes
11.	P.Cu 450	2149571.4	450	452.19 ppm	0.49	Yes
12.	P.Cu 50	262000.00	50	50.64 ppm	1.28	Yes
13.	P.Cu 500	2334135.7	500	494.75 ppm	1.05	Yes
14.	P.Cu 550	2594000.0	550	555.67 ppm	1.03	Yes
15.	P.Cu 600	2753321.4	600	593.60 ppm	1.07	Yes
16.	P.Cu 650	3018692.8	650	657.74 ppm	1.19	Yes
17.	P.Cu 700	3189142.8	700	699.58 ppm	0.59	Yes

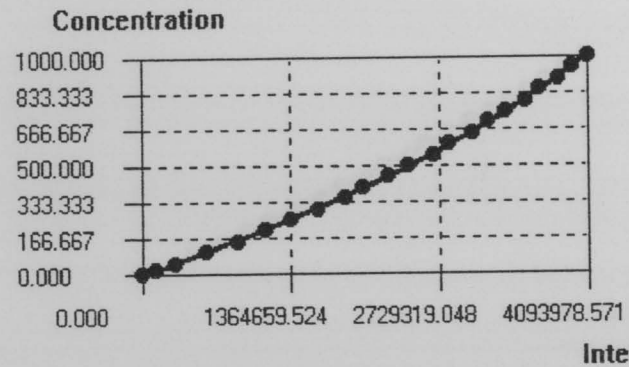
Analytical method

18.	P.Cu 750	3386421.4	750	748.63 ppm	0.18	Yes
19.	P.Cu 800	3593485.7	800	800.84 ppm	0.11	Yes
20.	P.Cu 850	3782514.2	850	849.15 ppm	0.10	Yes
21.	P.Cu 900	3983078.5	900	901.07 ppm	0.12	Yes
22.	P.Cu 950	4180021.4	950	952.74 ppm	0.29	Yes

Line: Cu, 224.700 nm**Calibr. curve:** $C = -1.35 + 0.000178 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve**Sigma :** 3.5245**BEC :** 1.35 ppm**LOD :** *****Correl. :** 0.99995**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	371.43	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.200	1096914.2	200	201.50 ppm	0.75	Yes
3.	P.Cu 100	562307.14	100	100.75 ppm	0.75	Yes
4.	P.Cu 1000	4823021.4	1000	1002.99 ppm	0.30	Yes
5.	P.Cu 150	833700.00	150	151.45 ppm	0.97	Yes
6.	P.Cu 20	115107.14	20	19.23 ppm	3.85	Yes
7.	P.Cu 250	1329828.5	250	246.51 ppm	1.40	Yes
8.	P.Cu 300	1611414.2	300	301.83 ppm	0.61	Yes
9.	P.Cu 350	1880485.7	350	355.62 ppm	1.61	Yes
10.	P.Cu 400	2077871.4	400	395.65 ppm	1.09	Yes
11.	P.Cu 450	2359950.0	450	453.71 ppm	0.83	Yes
12.	P.Cu 50	285921.43	50	50.07 ppm	0.15	Yes
13.	P.Cu 500	2554985.7	500	494.44 ppm	1.11	Yes
14.	P.Cu 550	2840678.5	550	554.96 ppm	0.90	Yes
15.	P.Cu 600	3015657.1	600	592.52 ppm	1.25	Yes
16.	P.Cu 650	3293778.5	650	653.03 ppm	0.47	Yes
17.	P.Cu 700	3503678.5	700	699.33 ppm	0.096	Yes
18.	P.Cu 750	3735707.1	750	751.15 ppm	0.15	Yes
19.	P.Cu 800	3951464.2	800	799.95 ppm	0.006	Yes
20.	P.Cu 850	4169407.1	850	849.83 ppm	0.02	Yes
21.	P.Cu 900	4380135.7	900	898.63 ppm	0.15	Yes
22.	P.Cu 950	4591521.4	950	948.13 ppm	0.20	Yes



Analytical method**Line:** Cu, 324.754 nm**Calibr. curve:** $C = -6.85 + 0.000182 * X + 0 * X*X*X$ Parameters of curve**Sigma :** 5.0333**BEC :** 6.85 ppm**LOD :** *****Correl. :** 0.99989**Weight:** not used

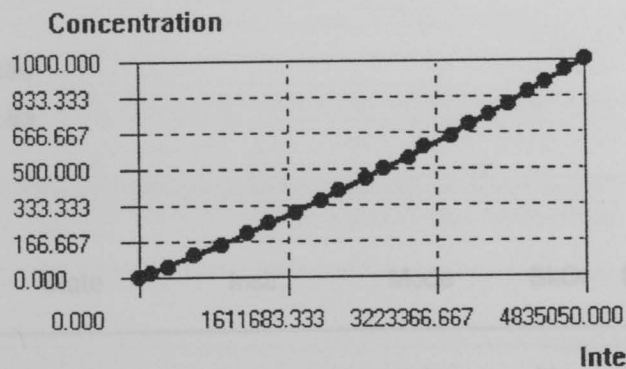
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	650.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.200	1134757.1	200	205.18 ppm	2.59	Yes
3.	P.Cu 100	600921.43	100	103.27 ppm	3.27	Yes
4.	P.Cu 1000	4093978.5	1000	1004.32 ppm	0.43	Yes
5.	P.Cu 150	873442.86	150	154.57 ppm	3.05	Yes
6.	P.Cu 20	127585.71	20	16.36 ppm	18.22	Yes
7.	P.Cu 250	1358350.0	250	249.90 ppm	0.039	Yes
8.	P.Cu 300	1622285.7	300	304.75 ppm	1.58	Yes
9.	P.Cu 350	1869392.8	350	358.48 ppm	2.42	Yes
10.	P.Cu 400	2034821.4	400	395.92 ppm	1.02	Yes
11.	P.Cu 450	2270807.1	450	451.60 ppm	0.36	Yes
12.	P.Cu 50	311428.57	50	49.90 ppm	0.21	Yes
13.	P.Cu 500	2433828.5	500	491.77 ppm	1.65	Yes
14.	P.Cu 550	2667471.4	550	551.99 ppm	0.36	Yes
15.	P.Cu 600	2813792.8	600	591.41 ppm	1.43	Yes
16.	P.Cu 650	3029492.8	650	652.12 ppm	0.33	Yes
17.	P.Cu 700	3183078.5	700	697.33 ppm	0.38	Yes
18.	P.Cu 750	3344678.5	750	746.79 ppm	0.43	Yes
19.	P.Cu 800	3518157.1	800	802.16 ppm	0.27	Yes
20.	P.Cu 850	3651021.4	850	846.23 ppm	0.44	Yes
21.	P.Cu 900	3819385.7	900	904.24 ppm	0.47	Yes
22.	P.Cu 950	3943071.4	950	948.46 ppm	0.16	Yes

Analytical method

Line: Cu, 327.396 nmCalibr. curve: $C = -0.683 + 0.000162 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 3.8791
 BEC : 683 ppb
 LOD : ***
 Correl. : 0.99994
 Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	578.57	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.200	1168414.2	200	201.76 ppm	0.88	Yes
3.	P.Cu 100	600685.71	100	100.22 ppm	0.22	Yes
4.	P.Cu 1000	4835050.0	1000	1002.10 ppm	0.21	Yes
5.	P.Cu 150	884942.86	150	150.31 ppm	0.21	Yes
6.	P.Cu 20	125521.43	20	19.85 ppm	0.77	Yes
7.	P.Cu 250	1404271.4	250	245.71 ppm	1.71	Yes
8.	P.Cu 300	1698471.4	300	301.99 ppm	0.66	Yes
9.	P.Cu 350	1975635.7	350	356.47 ppm	1.85	Yes
10.	P.Cu 400	2162142.8	400	393.94 ppm	1.51	Yes
11.	P.Cu 450	2451271.4	450	453.31 ppm	0.74	Yes
12.	P.Cu 50	308350.00	50	50.27 ppm	0.55	Yes
13.	P.Cu 500	2646457.1	500	494.27 ppm	1.15	Yes
14.	P.Cu 550	2930150.0	550	555.07 ppm	0.92	Yes
15.	P.Cu 600	3103378.5	600	592.93 ppm	1.18	Yes
16.	P.Cu 650	3384228.5	650	655.49 ppm	0.85	Yes
17.	P.Cu 700	3581200.0	700	700.25 ppm	0.036	Yes
18.	P.Cu 750	3797278.5	750	750.18 ppm	0.024	Yes
19.	P.Cu 800	4012071.4	800	800.68 ppm	0.085	Yes
20.	P.Cu 850	4214828.5	850	849.13 ppm	0.10	Yes
21.	P.Cu 900	4410871.4	900	896.71 ppm	0.37	Yes
22.	P.Cu 950	4626821.4	950	949.94 ppm	0.006	Yes

Analytical method

Analytical method: M.Calibração do Fe

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 11-01-2001 11:55

Last modification: 11-01-2001 17:53

Lines

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Fe	238.204	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Fe	239.562	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Fe	259.940	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Fe	240.488	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5.	Fe	300.095	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
6.	Fe	427.176	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Fe	238.204	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Fe	239.562	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Fe	259.940	0.00	100.00	ppm	Mono
4.	Fe	240.488	0.00	100.00	ppm	Mono
5.	Fe	300.095	0.00	100.00	ppm	Mono
6.	Fe	427.176	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Fe	238.204	Manual	No	550	1	G1
2.	Fe	239.562	Manual	No	570	1	G1
3.	Fe	259.940	Manual	No	550	1	G1
4.	Fe	240.488	Manual	No	610	1	G1
5.	Fe	300.095	Manual	No	680	100	G1
6.	Fe	427.176	Manual	No	590	10	G1

Analytical method

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Fe	238.204	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Fe	239.562	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Fe	259.940	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Fe	240.488	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
5. Fe	300.095	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
6. Fe	427.176	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Fe	238.204	0.2	25	75	0.003
2. Fe	239.562	0.2	25	75	0.003
3. Fe	259.940	0.2	25	75	0.003
4. Fe	240.488	0.2	25	75	0.003
5. Fe	300.095	0.2	25	75	0.003
6. Fe	427.176	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small	Large	Increment
				time	time			
				normal	fast			
1. Fe	238.204	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Fe	239.562	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Fe	259.940	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Fe	240.488	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
5. Fe	300.095	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
6. Fe	427.176	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

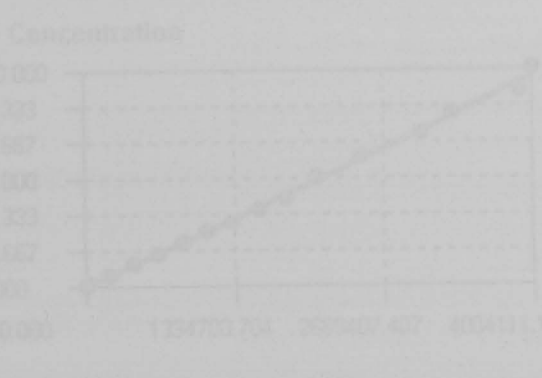
Analytical method

Parameters of the method

Analysis mode: Normal
Rinsing time: Fixed (10.0 s)
Rinsing pump speed: High speed
Transfer time: 15.0 s
Stabilisation time: 10.0 s
Transfer pump speed: High speed
Delay of synchronization: 0.0 s
Stop of pump during replacement: No

Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No



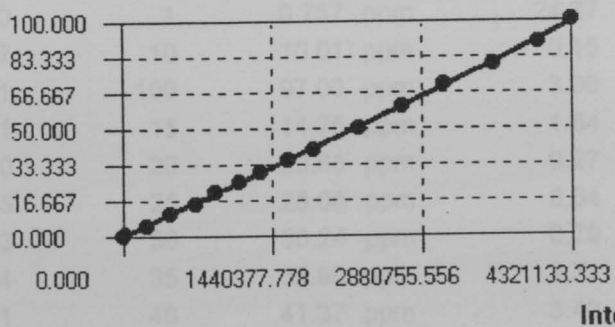
Line: Fe, 238.204 nm

Calibr. curve: $C = 0.188 + 0.0000218 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 0.58994
BEC : 188 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99987
Weight: not used

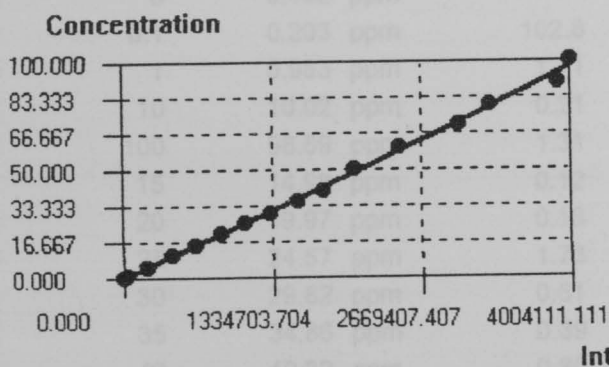
Concentration



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	222.22	0	0.193 ppm		Yes
2.	P.Fe 0.1	916.67	0.1	0.208 ppm	107.8 86	Yes

Analytical method

3.	P.Fe 1	28322.22	1	0.805 ppm	19.45	Yes
4.	P.Fe 10	445605.56	10	9.91 ppm	0.89	Yes
5.	P.Fe 100	4321133.3	100	99.05 ppm	0.95	Yes
6.	P.Fe 15	710177.78	15	15.70 ppm	4.64	Yes
7.	P.Fe 20	896077.78	20	19.77 ppm	1.15	Yes
8.	P.Fe 25	1118655.5	25	24.66 ppm	1.35	Yes
9.	P.Fe 30	1330800.0	30	29.35 ppm	2.18	Yes
10.	P.Fe 35	1585105.5	35	34.98 ppm	0.045	Yes
11.	P.Fe 40	1828955.5	40	40.42 ppm	1.06	Yes
12.	P.Fe 5	221083.33	5	5.01 ppm	0.20	Yes
13.	P.Fe 50	2265755.5	50	50.27 ppm	0.53	Yes
14.	P.Fe 60	2685483.3	60	59.86 ppm	0.23	Yes
15.	P.Fe 70	3090561.1	70	69.28 ppm	1.03	Yes
16.	P.Fe 80	3559988.8	80	80.41 ppm	0.51	Yes
17.	P.Fe 90	4005322.2	90	91.22 ppm	1.36	Yes

Line: Fe, 239.562 nm**Calibr. curve:** $C = 0.0643 + 0.0000223 * X + 0 * X^2$ **Parameters of curve****Sigma :** 1.6751**BEC :** 64.3 ppb**LOD :** *****Correl. :** 0.99894**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	150.00	0	0.0677 ppm		Yes
2.	P.Fe 0.1	972.22	0.1	0.086 ppm	13.96	Yes
3.	P.Fe 1	31000.00	1	0.757 ppm	24.27	Yes
4.	P.Fe 10	441366.67	10	10.01 ppm	0.15	Yes
5.	P.Fe 100	4004111.1	100	97.00 ppm	3.00	Yes
6.	P.Fe 15	648811.11	15	14.75 ppm	1.64	Yes
7.	P.Fe 20	878650.00	20	20.05 ppm	0.27	Yes
8.	P.Fe 25	1094955.5	25	25.08 ppm	0.34	Yes
9.	P.Fe 30	1314533.3	30	30.24 ppm	0.79	Yes
10.	P.Fe 35	1555694.4	35	35.95 ppm	2.71	Yes
11.	P.Fe 40	1782561.1	40	41.37 ppm	3.42	Yes
12.	P.Fe 5	215850.00	5	4.91 ppm	1.84	Yes
13.	P.Fe 50	2078800.0	50	48.52 ppm	2.96	Yes
14.	P.Fe 60	2484016.6	60	58.44 ppm	2.60	Yes
15.	P.Fe 70	2997444.4	70	71.22 ppm	1.75	Yes

Analytical method

16.	P.Fe 80	3288772.2	80	78.59 ppm	1.77	Yes
17.	P.Fe 90	3890650.0	90	94.05 ppm	4.50	Yes

Line: Fe, 259.940 nm**Calibr. curve:** $C = 0.178 + 0.0000198 * X + 0 * X*X*X$ Parameters of curve

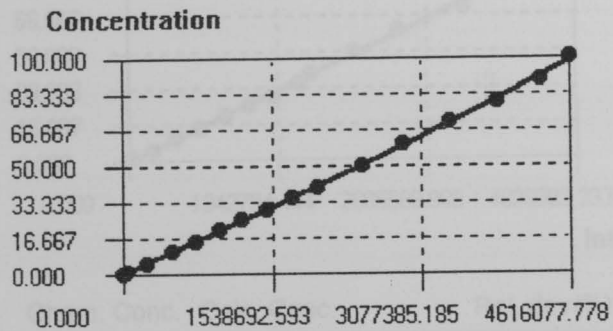
Sigma : 0.64835

BEC : 178 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99984

Weight: not used

**Intensity**

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	188.89	0	0.182 ppm		Yes
2.	P.Fe 0.1	1261.11	0.1	0.203 ppm	102.8	Yes
3.	P.Fe 1	40638.89	1	0.983 ppm	1.71	Yes
4.	P.Fe 10	496450.00	10	10.02 ppm	0.21	Yes
5.	P.Fe 100	4616077.7	100	98.69 ppm	1.31	Yes
6.	P.Fe 15	745827.78	15	14.98 ppm	0.12	Yes
7.	P.Fe 20	995705.56	20	19.97 ppm	0.13	Yes
8.	P.Fe 25	1224500.0	25	24.57 ppm	1.73	Yes
9.	P.Fe 30	1484305.5	30	29.82 ppm	0.61	Yes
10.	P.Fe 35	1731994.4	35	34.86 ppm	0.39	Yes
11.	P.Fe 40	1997416.6	40	40.32 ppm	0.80	Yes
12.	P.Fe 5	249261.11	5	5.12 ppm	2.34	Yes
13.	P.Fe 50	2473816.6	50	50.27 ppm	0.54	Yes
14.	P.Fe 60	2889772.2	60	59.16 ppm	1.40	Yes
15.	P.Fe 70	3372138.8	70	69.73 ppm	0.38	Yes
16.	P.Fe 80	3870177.7	80	81.01 ppm	1.26	Yes
17.	P.Fe 90	4305861.1	90	91.21 ppm	1.35	Yes

Analytical method

Line: Fe, 240.488 nmCalibr. curve: $C = -0.297 + 0.0000241 * X$ Parameters of curve

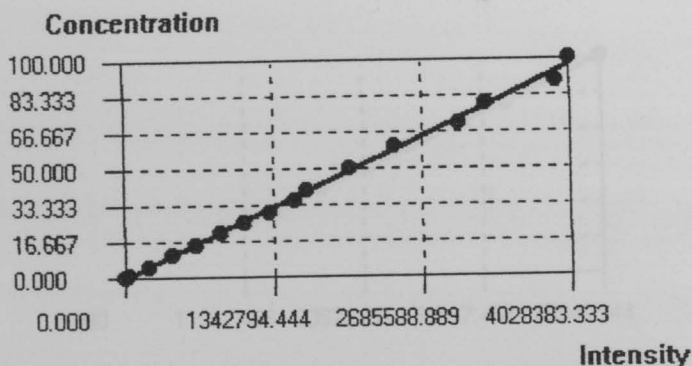
Sigma : 1.7548

BEC : 297 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99874

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	216.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Fe 0.1	1066.67	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Fe 1	32788.89	1	0.493 ppm	50.72	Yes
4.	P.Fe 10	428688.89	10	10.03 ppm	0.30	Yes
5.	P.Fe 100	4028383.3	100	96.74 ppm	3.26	Yes
6.	P.Fe 15	637394.44	15	15.06 ppm	0.38	Yes
7.	P.Fe 20	870194.44	20	20.66 ppm	3.32	Yes
8.	P.Fe 25	1072383.3	25	25.54 ppm	2.14	Yes
9.	P.Fe 30	1303100.0	30	31.09 ppm	3.64	Yes
10.	P.Fe 35	1537438.8	35	36.74 ppm	4.97	Yes
11.	P.Fe 40	1636533.3	40	39.13 ppm	2.19	Yes
12.	P.Fe 5	210594.44	5	4.78 ppm	4.48	Yes
13.	P.Fe 50	2035377.7	50	48.73 ppm	2.53	Yes
14.	P.Fe 60	2432783.3	60	58.31 ppm	2.82	Yes
15.	P.Fe 70	3015805.5	70	72.35 ppm	3.36	Yes
16.	P.Fe 80	3264600.0	80	78.34 ppm	2.07	Yes
17.	P.Fe 90	3901083.3	90	93.68 ppm	4.08	Yes

Analytical method

Line: Fe, 300.095 nm

Calibr. curve: $C = 0.0138 + 0.00202 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

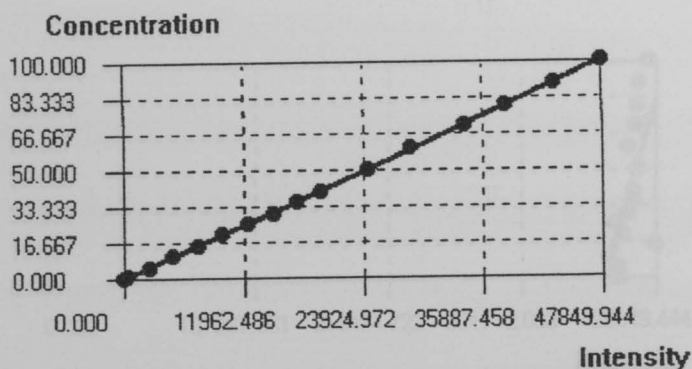
Sigma : 0.37925

BEC : 13.8 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99995

Weight: not used

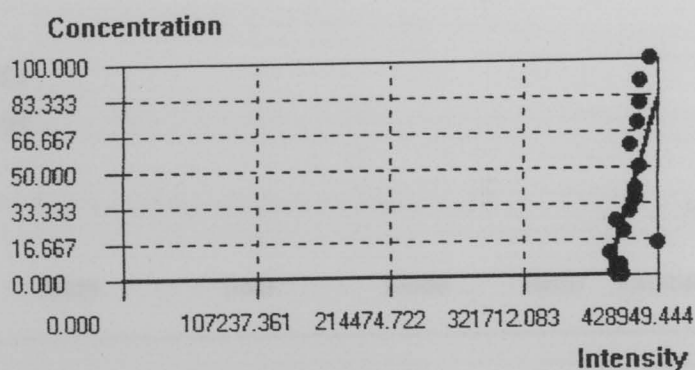


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0			Yes
2.	P.Fe 0.1	11.28	0.1	0.0365 ppm	63.48	Yes
3.	P.Fe 1	412.44	1	0.846 ppm	15.43	Yes
4.	P.Fe 10	4926.67	10	9.99 ppm	0.13	Yes
5.	P.Fe 100	47849.94	100	100.21 ppm	0.21	Yes
6.	P.Fe 15	7402.00	15	15.03 ppm	0.19	Yes
7.	P.Fe 20	9858.56	20	20.05 ppm	0.25	Yes
8.	P.Fe 25	12312.06	25	25.09 ppm	0.34	Yes
9.	P.Fe 30	14838.56	30	30.29 ppm	0.97	Yes
10.	P.Fe 35	17263.89	35	35.31 ppm	0.88	Yes
11.	P.Fe 40	19555.78	40	40.07 ppm	0.17	Yes
12.	P.Fe 5	2458.94	5	4.98 ppm	0.36	Yes
13.	P.Fe 50	24226.44	50	49.82 ppm	0.37	Yes
14.	P.Fe 60	28662.28	60	59.14 ppm	1.43	Yes
15.	P.Fe 70	34153.00	70	70.77 ppm	1.10	Yes
16.	P.Fe 80	38251.89	80	79.52 ppm	0.60	Yes
17.	P.Fe 90	43111.22	90	89.96 ppm	0.045	Yes

Analytical method

Line: Fe, 427.176 nmCalibr. curve: $C = -790 + 0.00203 * X$ Parameters of curve

Sigma : 26.858
BEC : 790 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.64179
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	400432.78	0	23.12 ppm		Yes
2.	P.Fe 0.1	396096.11	0.1	14.32 ppm		Yes
3.	P.Fe 1	395389.44	1	12.88 ppm		Yes
4.	P.Fe 10	391598.89	10	5.19 ppm	48.11	Yes
5.	P.Fe 100	422467.22	100	67.84 ppm	32.16	Yes
6.	P.Fe 15	428949.44	15	81.00 ppm	439.9	Yes
7.	P.Fe 20	401672.22	20	25.63 ppm	28.17	Yes
8.	P.Fe 25	395616.67	25	13.34 ppm	46.63	Yes
9.	P.Fe 30	406642.22	30	35.72 ppm	19.07	Yes
10.	P.Fe 35	411037.22	35	44.64 ppm	27.55	Yes
11.	P.Fe 40	411270.00	40	45.11 ppm	12.78	Yes
12.	P.Fe 5	399392.22	5	21.01 ppm	320.1	Yes
13.	P.Fe 50	414609.44	50	51.89 ppm	3.78	Yes
14.	P.Fe 60	406951.11	60	36.35 ppm	39.42	Yes
15.	P.Fe 70	413462.78	70	49.56 ppm	29.19	Yes
16.	P.Fe 80	414309.44	80	51.28 ppm	35.90	Yes
17.	P.Fe 90	414770.00	90	52.22 ppm	41.98	Yes



Analytical method**Analytical method:** M.Calibração do Fe 2**Matrix:****Source type:** ICP**Author:** paula**Creation:** 12-01-2001 14:09**Last modification:** 12-01-2001 17:34**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Fe	238.204	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Fe	239.562	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Fe	259.940	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Fe	240.488	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5.	Fe	300.095	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
6.	Fe	427.176	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Fe	238.204	0.00	1000.00	ppm	Mono
2.	Fe	239.562	0.00	1000.00	ppm	Mono
3.	Fe	259.940	0.00	1000.00	ppm	Mono
4.	Fe	240.488	0.00	1000.00	ppm	Mono
5.	Fe	300.095	0.00	1000.00	ppm	Mono
6.	Fe	427.176	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Fe	238.204	Manual	No	440	1	G1
2.	Fe	239.562	Manual	No	460	1	G1
3.	Fe	259.940	Manual	No	440	1	G1
4.	Fe	240.488	Manual	No	470	1	G1
5.	Fe	300.095	Manual	No	680	10	G1
6.	Fe	427.176	Manual	No	590	10	G1

Analytical method

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Fe	238.204	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Fe	239.562	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Fe	259.940	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Fe	240.488	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
5. Fe	300.095	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
6. Fe	427.176	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Fe	238.204	0.2	25	75	0.003
2. Fe	239.562	0.2	25	75	0.003
3. Fe	259.940	0.2	25	75	0.003
4. Fe	240.488	0.2	25	75	0.003
5. Fe	300.095	0.2	25	75	0.003
6. Fe	427.176	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Fe	238.204	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Fe	239.562	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Fe	259.940	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Fe	240.488	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
5. Fe	300.095	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
6. Fe	427.176	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Analytical method

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

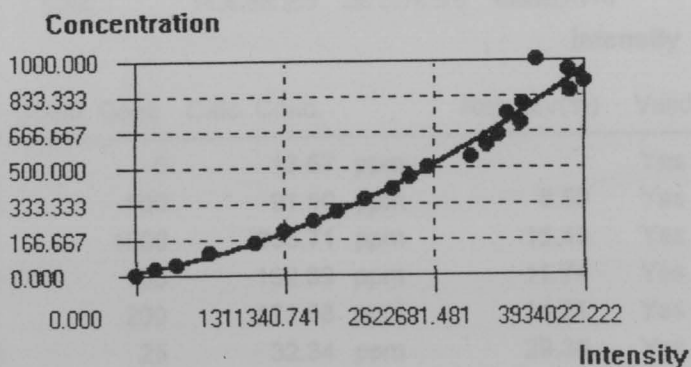
<u>Power:</u>	1200
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

Line: Fe, 238.204 nm

Calibr. curve: $C = 10.5 + 0.0000901 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

<u>Sigma :</u>	59.572
<u>BEC :</u>	10.5 ppm
<u>LOD :</u>	***
<u>Correl. :</u>	0.98496
<u>Weight:</u>	not used



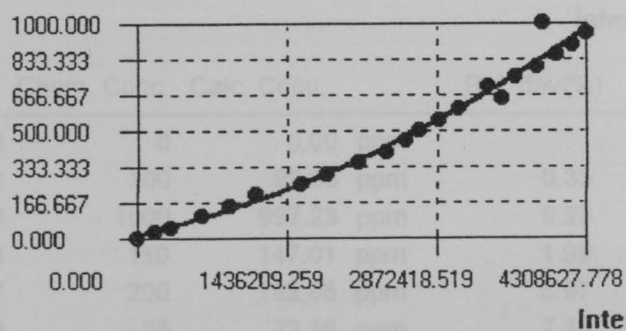
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	83.33	0	10.48 ppm		Yes
2.	P.Fe 100	661411.11	100	86.91 ppm	13.09 94	Yes

Analytical method

3.	P.Fe 1000	3514188.8	1000	802.14 ppm	19.79	Yes
4.	P.Fe 150	1049783.3	150	147.47 ppm	1.69	Yes
5.	P.Fe 200	1306700.0	200	193.91 ppm	3.04	Yes
6.	P.Fe 25	175066.67	25	27.43 ppm	9.71	Yes
7.	P.Fe 250	1576961.1	250	248.24 ppm	0.70	Yes
8.	P.Fe 300	1779705.5	300	292.69 ppm	2.44	Yes
9.	P.Fe 350	2013616.6	350	347.89 ppm	0.60	Yes
10.	P.Fe 400	2252700.0	400	408.67 ppm	2.17	Yes
11.	P.Fe 450	2408483.3	450	450.63 ppm	0.14	Yes
12.	P.Fe 50	354633.33	50	47.27 ppm	5.46	Yes
13.	P.Fe 500	2568600.0	500	495.71 ppm	0.86	Yes
14.	P.Fe 550	2948111.1	550	610.43 ppm	10.99	Yes
15.	P.Fe 600	3087094.4	600	655.22 ppm	9.20	Yes
16.	P.Fe 650	3199450.0	650	692.51 ppm	6.54	Yes
17.	P.Fe 700	3377172.2	700	753.47 ppm	7.64	Yes
18.	P.Fe 750	3259788.8	750	712.93 ppm	4.94	Yes
19.	P.Fe 800	3401566.6	800	762.03 ppm	4.75	Yes
20.	P.Fe 850	3818205.5	850	915.26 ppm	7.68	Yes
21.	P.Fe 900	3934022.2	900	960.23 ppm	6.69	Yes
22.	P.Fe 950	3787361.1	950	903.46 ppm	4.90	Yes

Line: Fe, 239.562 nm**Calibr. curve:** $C = 13.6 + 0.00011 * X + 0 * X^2$ **Parameters of curve**

Sigma : 45.194
BEC : 13.6 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99137
Weight: not used

Concentration

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	61.11	0	13.57 ppm		Yes
2.	P.Fe 100	619133.33	100	91.50 ppm	8.50	Yes
3.	P.Fe 1000	3886027.7	1000	835.71 ppm	16.43	Yes
4.	P.Fe 150	893022.22	150	132.39 ppm	11.74	Yes
5.	P.Fe 200	1133761.1	200	171.58 ppm	14.21	Yes
6.	P.Fe 25	164783.33	25	32.34 ppm	29.36	Yes
7.	P.Fe 250	1565416.6	250	249.46 ppm	0.21	Yes
8.	P.Fe 300	1810700.0	300	298.08 ppm	0.64	Yes
9.	P.Fe 350	2113866.6	350	362.52 ppm	3.58	Yes
10.	P.Fe 400	2386161.1	400	424.52 ppm	6.13	Yes

Analytical method

11.	P.Fe 450	2561944.4	450	466.60 ppm	3.69	Yes
12.	P.Fe 50	330272.22	50	52.63 ppm	5.27	Yes
13.	P.Fe 500	2701244.4	500	501.11 ppm	0.22	Yes
14.	P.Fe 550	2891600.0	550	549.90 ppm	0.018	Yes
15.	P.Fe 600	3073061.1	600	598.19 ppm	0.30	Yes
16.	P.Fe 650	3488000.0	650	715.09 ppm	10.01	Yes
17.	P.Fe 700	3356350.0	700	677.02 ppm	3.28	Yes
18.	P.Fe 750	3620688.8	750	754.38 ppm	0.58	Yes
19.	P.Fe 800	3827905.5	800	817.58 ppm	2.20	Yes
20.	P.Fe 850	4022305.5	850	878.92 ppm	3.40	Yes
21.	P.Fe 900	4176688.8	900	929.05 ppm	3.23	Yes
22.	P.Fe 950	4308627.7	950	972.88 ppm	2.41	Yes

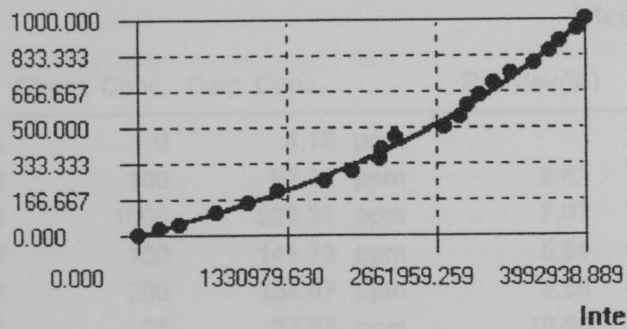
Line: Fe, 259.940 nm

Calibr. curve: $C = -4.86 + 0.000148 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 20.162
 BEC : 4.86 ppm
 LOD : ***
 Correl. : 0.99829
 Weight: not used

Concentration



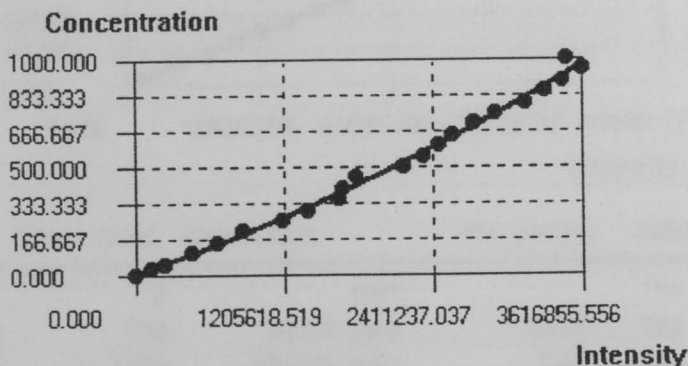
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	44.44	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Fe 100	693261.11	100	99.65 ppm	0.35	Yes
3.	P.Fe 1000	3992938.8	1000	997.23 ppm	0.28	Yes
4.	P.Fe 150	986583.33	150	147.01 ppm	1.99	Yes
5.	P.Fe 200	1248427.7	200	192.06 ppm	3.97	Yes
6.	P.Fe 25	189477.78	25	23.16 ppm	7.38	Yes
7.	P.Fe 250	1657300.0	250	269.31 ppm	7.73	Yes
8.	P.Fe 300	1913038.8	300	322.94 ppm	7.65	Yes
9.	P.Fe 350	2158805.5	350	379.06 ppm	8.30	Yes
10.	P.Fe 400	2175577.7	400	383.06 ppm	4.23	Yes
11.	P.Fe 450	2300883.3	450	413.77 ppm	8.05	Yes
12.	P.Fe 50	375916.67	50	50.98 ppm	1.96	Yes
13.	P.Fe 500	2730400.0	500	530.16 ppm	6.03	Yes
14.	P.Fe 550	2865288.8	550	570.61 ppm	3.75	Yes
15.	P.Fe 600	2947522.2	600	596.26 ppm	0.62	Yes
16.	P.Fe 650	3043716.6	650	627.24 ppm	3.50	Yes
17.	P.Fe 700	3176472.2	700	671.81 ppm	4.03	Yes
18.	P.Fe 750	3322388.8	750	723.32 ppm	3.56	Yes

Analytical method

19.	P.Fe 800	3530583.3	800	801.60 ppm	0.20	Yes
20.	P.Fe 850	3683988.8	850	863.06 ppm	1.54	Yes
21.	P.Fe 900	3771600.0	900	899.67 ppm	0.037	Yes
22.	P.Fe 950	3928138.8	950	967.90 ppm	1.88	Yes

Line: Fe, 240.488 nm**Calibr. curve:** $C = 4.13 + 0.00019 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve

Sigma : 24.21
BEC : 4.13 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99753
Weight: not used

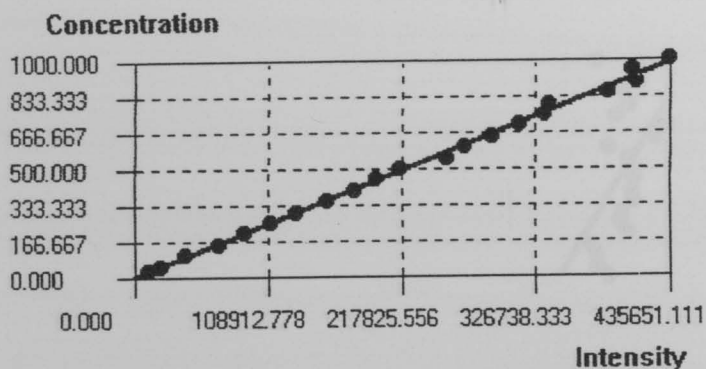


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	22.22	0	4.13 ppm		Yes
2.	P.Fe 100	465277.78	100	97.38 ppm	2.62	Yes
3.	P.Fe 1000	3487833.3	1000	929.31 ppm	7.07	Yes
4.	P.Fe 150	671700.00	150	141.73 ppm	5.51	Yes
5.	P.Fe 200	864822.22	200	184.87 ppm	7.56	Yes
6.	P.Fe 25	121761.11	25	27.64 ppm	10.55	Yes
7.	P.Fe 250	1196055.5	250	262.60 ppm	5.04	Yes
8.	P.Fe 300	1402344.4	300	313.38 ppm	4.46	Yes
9.	P.Fe 350	1643783.3	350	375.14 ppm	7.18	Yes
10.	P.Fe 400	1676944.4	400	383.81 ppm	4.05	Yes
11.	P.Fe 450	1795788.8	450	415.30 ppm	7.71	Yes
12.	P.Fe 50	242772.22	50	51.63 ppm	3.26	Yes
13.	P.Fe 500	2172761.1	500	519.18 ppm	3.84	Yes
14.	P.Fe 550	2336716.6	550	566.27 ppm	2.96	Yes
15.	P.Fe 600	2455077.7	600	600.97 ppm	0.16	Yes
16.	P.Fe 650	2572572.2	650	636.02 ppm	2.15	Yes
17.	P.Fe 700	2748450.0	700	689.59 ppm	1.49	Yes
18.	P.Fe 750	2916533.3	750	742.02 ppm	1.06	Yes
19.	P.Fe 800	3152588.8	800	817.71 ppm	2.21	Yes
20.	P.Fe 850	3319700.0	850	872.74 ppm	2.67	Yes
21.	P.Fe 900	3460488.8	900	920.02 ppm	2.22	Yes
22.	P.Fe 950	3616855.5	950	973.54 ppm	2.48	Yes

Analytical method

Line: Fe, 300.095 nm**Calibr. curve:** $C = -1.33 + 0.00226 * X$ Parameters of curve

Sigma : 15.694
BEC : 1.33 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99891
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Fe 100	41755.00	100	93.23 ppm	6.77	Yes
3.	P.Fe 1000	435651.11	1000	985.30 ppm	1.47	Yes
4.	P.Fe 150	68611.11	150	154.05 ppm	2.70	Yes
5.	P.Fe 200	90383.89	200	203.36 ppm	1.68	Yes
6.	P.Fe 25	10759.44	25	23.04 ppm	7.86	Yes
7.	P.Fe 250	110064.44	250	247.94 ppm	0.83	Yes
8.	P.Fe 300	131380.00	300	296.21 ppm	1.26	Yes
9.	P.Fe 350	156645.56	350	353.43 ppm	0.98	Yes
10.	P.Fe 400	178796.67	400	403.60 ppm	0.90	Yes
11.	P.Fe 450	196225.56	450	443.07 ppm	1.54	Yes
12.	P.Fe 50	21601.67	50	47.59 ppm	4.82	Yes
13.	P.Fe 500	216786.11	500	489.63 ppm	2.07	Yes
14.	P.Fe 550	253962.78	550	573.83 ppm	4.33	Yes
15.	P.Fe 600	269737.22	600	609.55 ppm	1.59	Yes
16.	P.Fe 650	291085.56	650	657.90 ppm	1.22	Yes
17.	P.Fe 700	314080.00	700	709.98 ppm	1.43	Yes
18.	P.Fe 750	334736.67	750	756.76 ppm	0.90	Yes
19.	P.Fe 800	338488.89	800	765.26 ppm	4.34	Yes
20.	P.Fe 850	385253.33	850	871.17 ppm	2.49	Yes
21.	P.Fe 900	408673.89	900	924.21 ppm	2.69	Yes
22.	P.Fe 950	405605.00	950	917.26 ppm	3.45	Yes

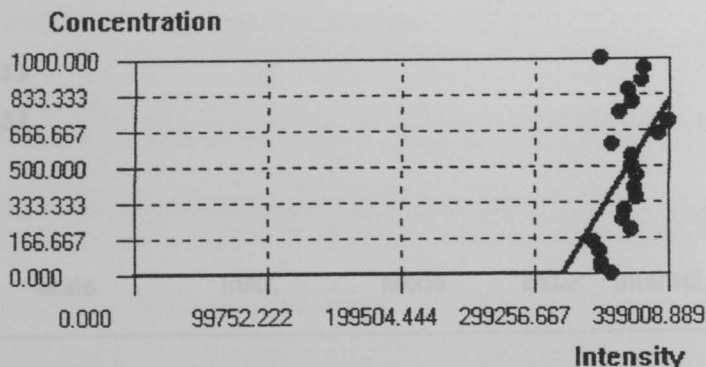
Analytical method

Line: Fe, 427.176 nm

Calibr. curve: C = -3253 + 0.0102 * X

Parameters of curve

Sigma : 297.12
BEC : 0.325 %
LOD : ***
Correl. : 0.46513
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	356407.22	0	371.19 ppm		Yes
2.	P.Fe 100	347728.33	100	282.93 ppm	182.9	Yes
3.	P.Fe 1000	347298.89	1000	278.56 ppm	72.14	Yes
4.	P.Fe 150	342628.33	150	231.06 ppm	54.04	Yes
5.	P.Fe 200	371155.00	200	521.17 ppm	160.5	Yes
6.	P.Fe 25	349268.89	25	298.60 ppm		Yes
7.	P.Fe 250	366000.00	250	468.74 ppm	87.50	Yes
8.	P.Fe 300	367090.00	300	479.83 ppm	59.94	Yes
9.	P.Fe 350	376220.56	350	572.68 ppm	63.62	Yes
10.	P.Fe 400	374547.78	400	555.67 ppm	38.92	Yes
11.	P.Fe 450	375253.33	450	562.85 ppm	25.08	Yes
12.	P.Fe 50	348689.44	50	292.70 ppm	485.4	Yes
13.	P.Fe 500	370737.78	500	516.93 ppm	3.39	Yes
14.	P.Fe 550	370966.11	550	519.25 ppm	5.59	Yes
15.	P.Fe 600	356801.67	600	375.20 ppm	37.47	Yes
16.	P.Fe 650	391560.00	650	728.68 ppm	12.10	Yes
17.	P.Fe 700	399008.89	700	804.43 ppm	14.92	Yes
18.	P.Fe 750	362122.22	750	429.31 ppm	42.76	Yes
19.	P.Fe 800	371344.44	800	523.10 ppm	34.61	Yes
20.	P.Fe 850	368532.22	850	494.50 ppm	41.82	Yes
21.	P.Fe 900	379078.89	900	601.75 ppm	33.14	Yes
22.	P.Fe 950	380466.67	950	615.87 ppm	35.17	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Line name	Wavelength	M. points	C. points	Int. line (sec)	Ent. slit	Ext. slit	Inc. (nm)	Anal. mode
1. Fe	257.910	7	3	0.1	20	15	0.012 Gauss	
2. Fe	259.375	7	3	0.1	20	15	0.012 Gauss	
3. Fe	260.560	7	3	0.1	20	15	0.012 Gauss	
4. Fe	260.705	7	3	0.1	20	15	0.012 Gauss	

Analytical method

Analytical method: M.Calibração do Mn

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 08-02-2001 14:23

Last modification: 08-02-2001 16:32

Lines

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Mn	257.610	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Mn	259.373	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Mn	260.569	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Mn	293.306	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Mn	257.610	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Mn	259.373	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Mn	260.569	0.00	100.00	ppm	Mono
4.	Mn	293.306	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Mn	257.610	Manual	No	470	1	G1
2.	Mn	259.373	Manual	No	480	1	G1
3.	Mn	260.569	Manual	No	500	1	G1
4.	Mn	293.306	Manual	No	550	10	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Mn	257.610	7	3	0.1	20	15	0.002	Gauss
2.	Mn	259.373	7	3	0.1	20	15	0.002	Gauss
3.	Mn	260.569	7	3	0.1	20	15	0.002	Gauss
4.	Mn	293.306	7	3	0.1	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Mn	257.610	0.2	15	51	0.003
2. Mn	259.373	0.2	15	51	0.003
3. Mn	260.569	0.2	15	51	0.003
4. Mn	293.306	0.2	15	51	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Mn	257.610	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
2. Mn	259.373	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
3. Mn	260.569	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
4. Mn	293.306	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (20.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	20.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	20.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No



Analytical method

Plasma parameters

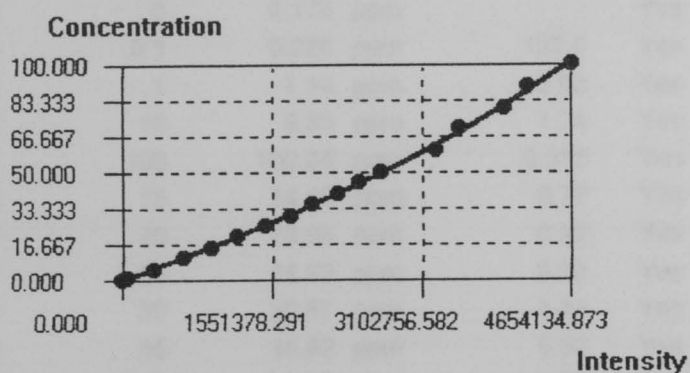
Power: 1100
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Mn, 257.610 nm

Calibr. curve: $C = -0.309 + 0.000017 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 1.0744
BEC : 309 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99953
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Mn 0.1	3130.72	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Mn 1	64417.23	1	0.787 ppm	21.33	Yes
4.	P.Mn 10	627570.53	10	10.42 ppm	4.19	Yes
5.	P.Mn 100	4654134.8	100	101.20 ppm	1.20	Yes
6.	P.Mn 15	910553.54	15	15.35 ppm	2.30	Yes
7.	P.Mn 20	1188495.2	20	20.28 ppm	1.39	Yes
8.	P.Mn 25	1464658.9	25	25.30 ppm	1.19	Yes
9.	P.Mn 30	1730742.0	30	30.28 ppm	0.92	Yes
10.	P.Mn 35	1954750.1	35	34.59 ppm	1.16	Yes
11.	P.Mn 40	2220339.9	40	39.88 ppm	0.30	Yes
12.	P.Mn 45	2458650.3	45	44.80 ppm	0.44	Yes
13.	P.Mn 5	317792.31	5	5.10 ppm	2.06	Yes
14.	P.Mn 50	2670179.9	50	49.33 ppm	1.35	Yes
15.	P.Mn 60	3236370.4	60	62.25 ppm	3.75	Yes
16.	P.Mn 70	3493948.7	70	68.57 ppm	2.04	Yes
17.	P.Mn 80	3961956.5	80	80.86 ppm	1.08	Yes

Analytical method

18. P.Mn 90 4204496.2 90 87.68 ppm 2.58 Yes

Line: Mn, 259.373 nm**Calibr. curve:** $C = 0.174 + 0.0000161 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve

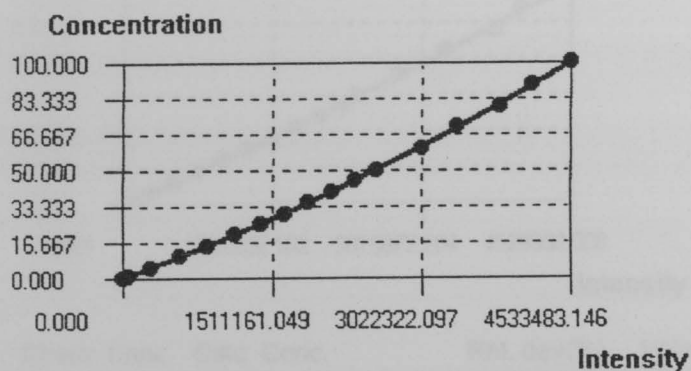
Sigma : 0.4178

BEC : 174 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99993

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0.00	0	0.174 ppm		Yes
2.	P.Mn 0.1	3333.33	0.1	0.228 ppm	127.8	Yes
3.	P.Mn 1	59680.19	1	1.14 ppm	13.86	Yes
4.	P.Mn 10	573374.16	10	9.83 ppm	1.74	Yes
5.	P.Mn 100	4533483.1	100	100.04 ppm	0.035	Yes
6.	P.Mn 15	855107.28	15	14.88 ppm	0.77	Yes
7.	P.Mn 20	1126560.7	20	19.96 ppm	0.22	Yes
8.	P.Mn 25	1382708.7	25	24.92 ppm	0.33	Yes
9.	P.Mn 30	1629846.8	30	29.87 ppm	0.44	Yes
10.	P.Mn 35	1869323.9	35	34.82 ppm	0.52	Yes
11.	P.Mn 40	2101972.4	40	39.77 ppm	0.57	Yes
12.	P.Mn 45	2341029.2	45	45.01 ppm	0.021	Yes
13.	P.Mn 5	286518.72	5	4.89 ppm	2.21	Yes
14.	P.Mn 50	2569699.7	50	50.16 ppm	0.32	Yes
15.	P.Mn 60	3025739.3	60	60.84 ppm	1.40	Yes
16.	P.Mn 70	3385598.2	70	69.65 ppm	0.50	Yes
17.	P.Mn 80	3821670.5	80	80.79 ppm	0.98	Yes
18.	P.Mn 90	4136657.0	90	89.14 ppm	0.95	Yes

Analytical method

Line: Mn, 260.569 nm**Calibr. curve:** $C = -0.0632 + 0.0000192 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve

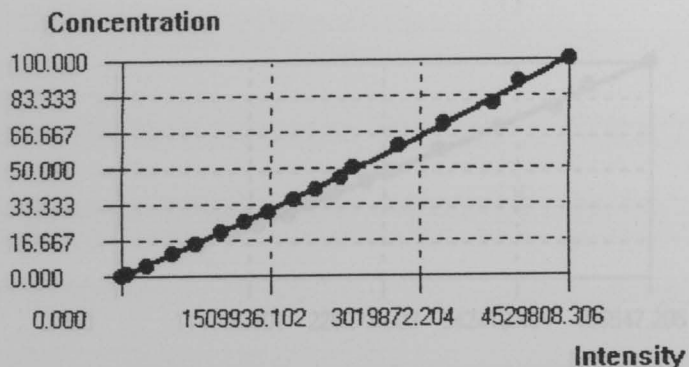
Sigma : 0.92785

BEC : 63.2 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99965

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Mn 0.1	3087.15	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Mn 1	51099.66	1	0.922 ppm	7.79	Yes
4.	P.Mn 10	514861.55	10	10.02 ppm	0.24	Yes
5.	P.Mn 100	4529808.3	100	100.79 ppm	0.79	Yes
6.	P.Mn 15	750625.43	15	14.76 ppm	1.60	Yes
7.	P.Mn 20	1022464.8	20	20.31 ppm	1.57	Yes
8.	P.Mn 25	1250909.4	25	25.06 ppm	0.23	Yes
9.	P.Mn 30	1488608.4	30	30.07 ppm	0.22	Yes
10.	P.Mn 35	1740513.8	35	35.46 ppm	1.30	Yes
11.	P.Mn 40	1964157.4	40	40.31 ppm	0.78	Yes
12.	P.Mn 45	2226422.8	45	46.09 ppm	2.43	Yes
13.	P.Mn 5	259200.76	5	4.97 ppm	0.58	Yes
14.	P.Mn 50	2348089.2	50	48.81 ppm	2.39	Yes
15.	P.Mn 60	2810521.0	60	59.30 ppm	1.17	Yes
16.	P.Mn 70	3252609.3	70	69.59 ppm	0.59	Yes
17.	P.Mn 80	3763161.6	80	81.80 ppm	2.25	Yes
18.	P.Mn 90	4012918.6	90	87.90 ppm	2.33	Yes

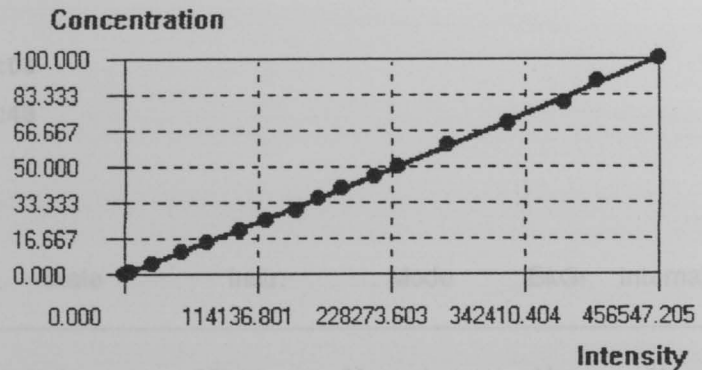
Analytical method

Line: Mn, 293.306 nm

Calibr. curve: $C = -0.0441 + 0.000207 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 0.77763
BEC : 44.1 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99975
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Manual	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	25.00	0	0.00	ppm		Yes
2.	P.Mn 0.1	246.36	0.1	0.00678	ppm	93.22	Yes
3.	P.Mn 1	4703.93	1	0.929	ppm	7.12	Yes
4.	P.Mn 10	48178.40	10	9.98	ppm	0.19	Yes
5.	P.Mn 100	456547.21	100	100.27	ppm	0.27	Yes
6.	P.Mn 15	71263.01	15	14.83	ppm	1.13	Yes
7.	P.Mn 20	98796.12	20	20.66	ppm	3.28	Yes
8.	P.Mn 25	120510.82	25	25.28	ppm	1.12	Yes
9.	P.Mn 30	145772.12	30	30.69	ppm	2.31	Yes
10.	P.Mn 35	164365.69	35	34.70	ppm	0.85	Yes
11.	P.Mn 40	185432.32	40	39.27	ppm	1.84	Yes
12.	P.Mn 45	213340.29	45	45.35	ppm	0.78	Yes
13.	P.Mn 5	23838.39	5	4.90	ppm	2.01	Yes
14.	P.Mn 50	232660.15	50	49.59	ppm	0.82	Yes
15.	P.Mn 60	275617.99	60	59.09	ppm	1.51	Yes
16.	P.Mn 70	326774.84	70	70.55	ppm	0.78	Yes
17.	P.Mn 80	375764.75	80	81.65	ppm	2.07	Yes
18.	P.Mn 90	405207.34	90	88.39	ppm	1.78	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

LN Name	Wavelength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Ni	221.847	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Ni	231.804	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Ni	352.454	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do NiMatrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 05-01-2001 12:08Last modification: 05-01-2001 16:49**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Ni	221.647	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Ni	231.604	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Ni	352.454	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Ni	221.647	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Ni	231.604	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Ni	352.454	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Ni	221.647	Manual	No	580	1	G1
2.	Ni	231.604	Manual	No	600	1	G1
3.	Ni	352.454	Manual	No	630	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Ni	221.647	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2.	Ni	231.604	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3.	Ni	352.454	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Ni	221.647	0.2	25	75	0.003
2. Ni	231.604	0.2	25	75	0.003
3. Ni	352.454	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Ni	221.647	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
2. Ni	231.604	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
3. Ni	352.454	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

<u>Power:</u>	1200
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

Analytical method

Line: Ni, 221.647 nm

Calibr. curve: $C = -0.393 + 0.0000289 * X$

Parameters of curve

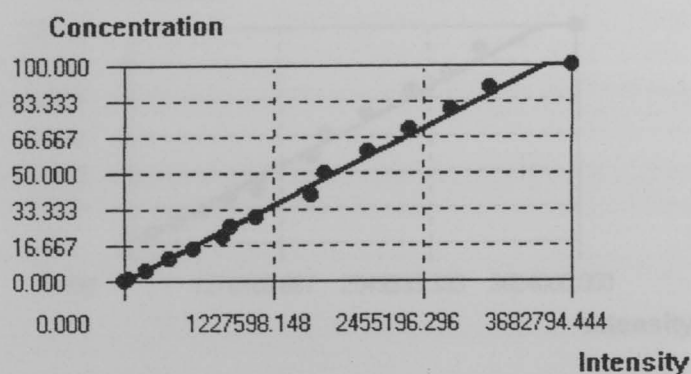
Sigma : 2.7888

BEC : 393 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.99705

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	222.22	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Ni 100	3682794.4	100	106.19 ppm	6.19	Yes
3.	P. Ni 15	568927.78	15	16.07 ppm	7.15	Yes
4.	P. Ni 25	869166.67	25	24.76 ppm	0.95	Yes
5.	P. Ni 30	1081111.1	30	30.90 ppm	2.99	Yes
6.	P. Ni 40	1529938.8	40	43.89 ppm	9.71	Yes
7.	P. Ni 5	182766.67	5	4.90 ppm	2.08	Yes
8.	P. Ni 50	1653277.7	50	47.46 ppm	5.09	Yes
9.	P. Ni 60	2002322.2	60	57.56 ppm	4.07	Yes
10.	P. Ni 70	2336583.3	70	67.23 ppm	3.96	Yes
11.	P. Ni 80	2689400.0	80	77.44 ppm	3.20	Yes
12.	P. Ni 90	3009061.1	90	86.69 ppm	3.67	Yes
13.	P.Ni 0.1	1905.56	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
14.	P.Ni 1	37972.22	1	0.706 ppm	29.44	Yes
15.	P.Ni 10	369061.11	10	10.29 ppm	2.88	Yes
16.	P.Ni 20	799561.11	20	22.75 ppm	13.74	Yes

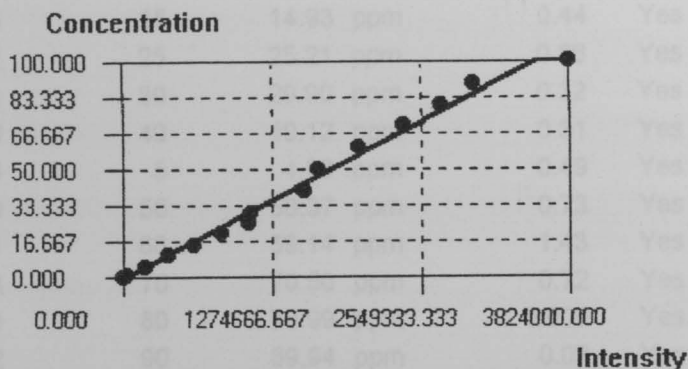
Analytical method

Line: Ni, 231.604 nm

Calibr. curve: $C = -0.779 + 0.0000284 * X$

Parameters of curve

Sigma : 3.7463
BEC : 779 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99467
Weight: not used



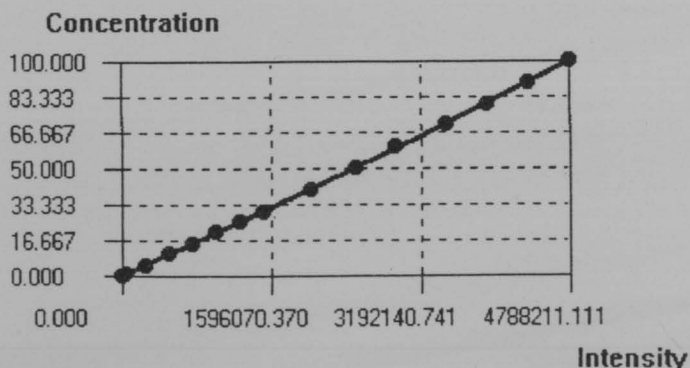
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	66.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P. Ni 100	3824000.0	100	108.01 ppm	8.01	Yes
3.	P. Ni 15	606094.44	15	16.46 ppm	9.76	Yes
4.	P. Ni 25	1072855.5	25	29.74 ppm	18.97	Yes
5.	P. Ni 30	1092372.2	30	30.30 ppm	1.00	Yes
6.	P. Ni 40	1546911.1	40	43.23 ppm	8.07	Yes
7.	P. Ni 5	191500.00	5	4.67 ppm	6.62	Yes
8.	P. Ni 50	1655705.5	50	46.33 ppm	7.35	Yes
9.	P. Ni 60	2016227.7	60	56.58 ppm	5.70	Yes
10.	P. Ni 70	2394311.1	70	67.34 ppm	3.80	Yes
11.	P. Ni 80	2723950.0	80	76.72 ppm	4.10	Yes
12.	P. Ni 90	3001416.6	90	84.61 ppm	5.99	Yes
13.	P.Ni 0.1	1966.67	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
14.	P.Ni 1	38400.00	1	0.313 ppm	68.66	Yes
15.	P.Ni 10	389183.33	10	10.29 ppm	2.93	Yes
16.	P.Ni 20	836022.22	20	23.01 ppm	15.03	Yes

Line: Ni, 352.454 nm

Calibr. curve: $C = 0.0281 + 0.0000198 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 0.31925
BEC : 28.1 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99996
Weight: not used



Analytical method

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.		Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	827.78	0	0.0444	ppm		Yes
2.	P. Ni 100	4788211.1	100	100.00	ppm	0.004	Yes
3.	P. Ni 15	752933.33	15	14.93	ppm	0.44	Yes
4.	P. Ni 25	1269022.2	25	25.21	ppm	0.86	Yes
5.	P. Ni 30	1502983.3	30	29.90	ppm	0.32	Yes
6.	P. Ni 40	2008338.8	40	40.12	ppm	0.31	Yes
7.	P. Ni 5	250227.78	5	4.98	ppm	0.49	Yes
8.	P. Ni 50	2507700.0	50	50.37	ppm	0.73	Yes
9.	P. Ni 60	2928811.1	60	59.14	ppm	1.43	Yes
10.	P. Ni 70	3463233.3	70	70.50	ppm	0.72	Yes
11.	P. Ni 80	3899833.3	80	79.99	ppm	0.009	Yes
12.	P. Ni 90	4347022.2	90	89.94	ppm	0.07	Yes
13.	P.Ni 0.1	3605.56	0.1	0.0993	ppm	0.67	Yes
14.	P.Ni 1	52222.22	1	1.06	ppm	6.04	Yes
15.	P.Ni 10	499488.89	10	9.91	ppm	0.91	Yes
16.	P.Ni 20	1002750.0	20	19.90	ppm	0.50	Yes

Analytical lines of the method (Concentration range)

Ni Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Ni	221.647	0.00	1000.00	ppm	Mono
2. Ni	231.604	0.00	1000.00	ppm	Mono
3. Ni	352.454	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Ni Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Ni	221.647	Manual	No	400	1	GI
2. Ni	231.604	Manual	No	400	1	GI
3. Ni	352.454	Manual	No	400	1	GI

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Ni Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Ni	221.647	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Ni	231.604	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Ni	352.454	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical method: M.Calibração do Ni2

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 08-01-2001 14:10

Last modification: 10-01-2001 12:19

Lines

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Ni	221.647	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Ni	231.604	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Ni	352.454	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Ni	221.647	0.00	1000.00	ppm	Mono
2.	Ni	231.604	0.00	1000.00	ppm	Mono
3.	Ni	352.454	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Ni	221.647	Manual	No	460	1	G1
2.	Ni	231.604	Manual	No	460	1	G1
3.	Ni	352.454	Manual	No	460	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Ni	221.647	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2.	Ni	231.604	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3.	Ni	352.454	1	1	2.0	20	15	0.002	Max



Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Ni	221.647	0.2	25	75	0.003
2. Ni	231.604	0.2	25	75	0.003
3. Ni	352.454	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time		Small window	Large window	Increment (nm)
				normal	fast			
1. Ni	221.647	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Ni	231.604	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Ni	352.454	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

<u>Power:</u>	1200
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

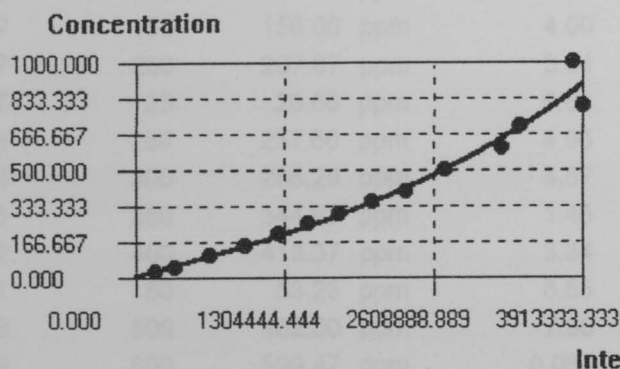
Analytical method

Line: Ni, 221.647 nm

Calibr. curve: $C = 6.41 + 0.00014 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 52.579
BEC : 6.41 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.98813
Weight: not used



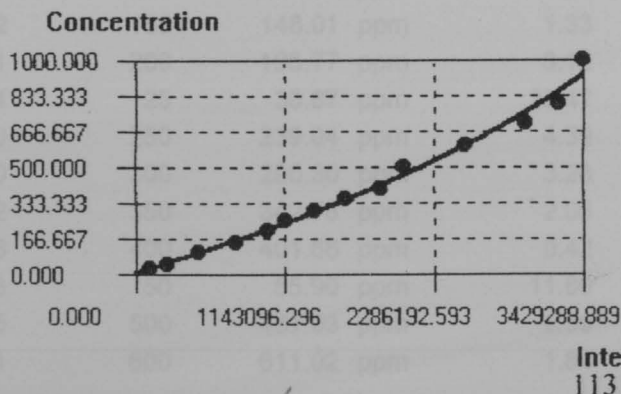
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Ni 100	649488.89	100	98.80 ppm	1.20	Yes
3.	P.Ni 1000	3831444.4	1000	866.94 ppm	13.31	Yes
4.	P.Ni 150	957027.78	150	145.27 ppm	3.15	Yes
5.	P.Ni 200	1247261.1	200	191.99 ppm	4.00	Yes
6.	P.Ni 25	164722.22	25	29.47 ppm	17.87	Yes
7.	P.Ni 250	1510150.0	250	237.43 ppm	5.03	Yes
8.	P.Ni 300	1777688.8	300	287.39 ppm	4.20	Yes
9.	P.Ni 350	2072083.3	350	347.49 ppm	0.72	Yes
10.	P.Ni 400	2365366.6	400	413.54 ppm	3.39	Yes
11.	P.Ni 50	339255.56	50	54.07 ppm	8.14	Yes
12.	P.Ni 500	2719944.4	500	502.90 ppm	0.58	Yes
13.	P.Ni 600	3208283.3	600	645.69 ppm	7.61	Yes
14.	P.Ni 700	3368005.5	700	697.95 ppm	0.29	Yes
15.	P.Ni 800	3913333.3	800	899.66 ppm	12.46	Yes

Line: Ni, 231.604 nm

Calibr. curve: $C = 5.58 + 0.000193 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 33.209
BEC : 5.58 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99528
Weight: not used



Analytical method

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Ni 100	474838.89	100	98.13 ppm	1.87	Yes
3.	P.Ni 1000	3429288.8	1000	931.30 ppm	6.87	Yes
4.	P.Ni 150	762716.67	150	156.00 ppm	4.00	Yes
5.	P.Ni 200	1010127.7	200	207.67 ppm	3.84	Yes
6.	P.Ni 25	108916.67	25	26.66 ppm	6.64	Yes
7.	P.Ni 250	1148566.6	250	237.60 ppm	4.96	Yes
8.	P.Ni 300	1365605.5	300	286.29 ppm	4.57	Yes
9.	P.Ni 350	1613205.5	350	344.93 ppm	1.45	Yes
10.	P.Ni 400	1883472.2	400	413.37 ppm	3.34	Yes
11.	P.Ni 50	246061.11	50	53.28 ppm	6.55	Yes
12.	P.Ni 500	2063916.6	500	462.00 ppm	7.60	Yes
13.	P.Ni 600	2527338.8	600	599.47 ppm	0.088	Yes
14.	P.Ni 700	2971950.0	700	751.23 ppm	7.32	Yes
15.	P.Ni 800	3234794.4	800	851.51 ppm	6.44	Yes

Line: Ni, 352.454 nm

Calibr. curve: $C = 7.42 + 0.000244 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

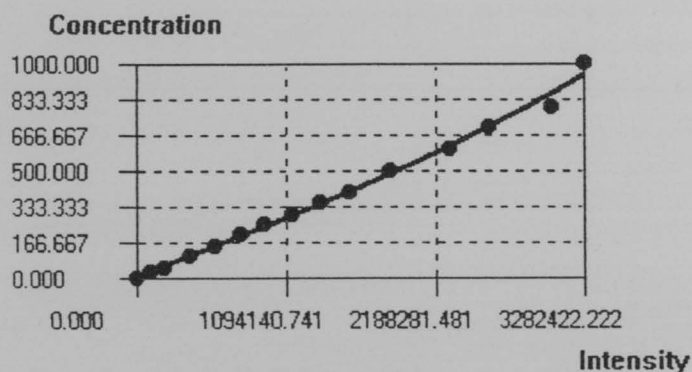
Sigma : 25.444

BEC : 7.42 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99723

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0.00	0	7.42 ppm		Yes
2.	P.Ni 100	388277.78	100	102.25 ppm	2.25	Yes
3.	P.Ni 1000	3282422.2	1000	948.57 ppm	5.14	Yes
4.	P.Ni 150	573972.22	150	148.01 ppm	1.33	Yes
5.	P.Ni 200	757761.11	200	193.77 ppm	3.12	Yes
6.	P.Ni 25	96244.44	25	30.87 ppm	23.47	Yes
7.	P.Ni 250	937200.00	250	239.04 ppm	4.39	Yes
8.	P.Ni 300	1137000.0	300	290.30 ppm	3.23	Yes
9.	P.Ni 350	1337272.2	350	342.78 ppm	2.06	Yes
10.	P.Ni 400	1556338.8	400	401.66 ppm	0.42	Yes
11.	P.Ni 50	198883.33	50	55.90 ppm	11.80	Yes
12.	P.Ni 500	1862555.5	500	487.03 ppm	2.59	Yes
13.	P.Ni 600	2282361.1	600	611.02 ppm	1.84	Yes

Analytical method

14.	P.Ni 700	2582305.5	700	705.42 ppm	0.77	Yes
15.	P.Ni 800	3041516.6	800	860.96 ppm	7.62	Yes

Analytical method

Analytical method: M.Calibração do Pb

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 31-01-2001 14:36

Last modification: 31-01-2001 16:31

Lines

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Pb	283.306	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Pb	280.200	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Pb	220.353	0.00	100.00	ppm	Mono
2. Pb	283.306	0.00	100.00	ppm	Mono
3. Pb	280.200	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Pb	220.353	Manual	No	720	1	G1
2. Pb	283.306	Manual	No	680	10	G1
3. Pb	280.200	Manual	No	780	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Pb	220.353	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Pb	283.306	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Pb	280.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Pb	220.353	0.2	25	75	0.003
2. Pb	283.306	0.2	25	75	0.003
3. Pb	280.200	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Pb	220.353	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Pb	283.306	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Pb	280.200	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

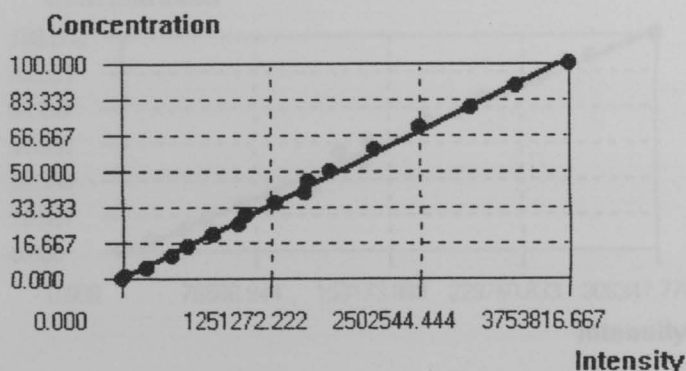
Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

<u>Power:</u>	1200
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

Analytical method

Line: Pb, 220.353 nm**Calibr. curve:** $C = 0.223 + 0.0000272 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 1.4898**BEC :** 223 ppb**LOD :** *****Correl. :** 0.99903**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	1711.11	0	0.269 ppm		Yes
2.	P.Pb 0.1	2111.11	0.1	0.28 ppm	180.3	Yes
3.	P.Pb 1	10961.11	1	0.521 ppm	47.86	Yes
4.	P.Pb 10	405605.56	10	11.27 ppm	12.69	Yes
5.	P.Pb 100	3753816.6	100	102.46 ppm	2.46	Yes
6.	P.Pb 15	536722.22	15	14.84 ppm	1.07	Yes
7.	P.Pb 20	758222.22	20	20.87 ppm	4.36	Yes
8.	P.Pb 25	974911.11	25	26.77 ppm	7.10	Yes
9.	P.Pb 30	1039544.4	30	28.53 ppm	4.89	Yes
10.	P.Pb 35	1288005.5	35	35.30 ppm	0.86	Yes
11.	P.Pb 40	1524766.6	40	41.75 ppm	4.37	Yes
12.	P.Pb 45	1561222.2	45	42.74 ppm	5.02	Yes
13.	P.Pb 5	197550.00	5	5.60 ppm	12.06	Yes
14.	P.Pb 50	1751372.2	50	47.92 ppm	4.16	Yes
15.	P.Pb 60	2122400.0	60	58.02 ppm	3.29	Yes
16.	P.Pb 70	2506888.8	70	68.50 ppm	2.15	Yes
17.	P.Pb 80	2932683.3	80	80.09 ppm	0.12	Yes
18.	P.Pb 90	3309561.1	90	90.36 ppm	0.40	Yes

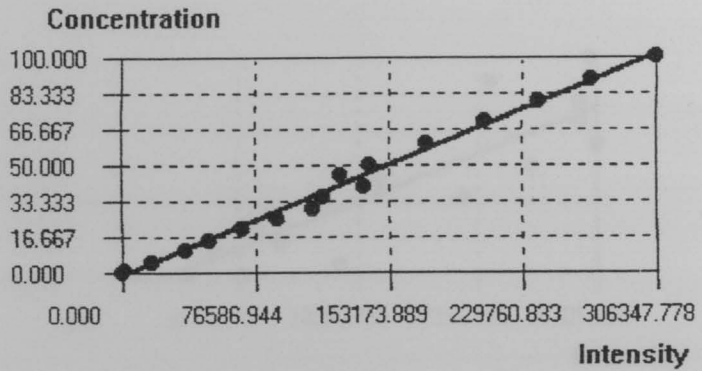
Analytical method

Line: Pb, 283.306 nm

Calibr. curve: $C = -1.38 + 0.000336 * X$

Parameters of curve

Sigma : 2.9563
BEC : 1.38 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99619
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	26.67	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Pb 0.1	81.11	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Pb 1	1488.89	1	0.00 ppm	100.0	Yes
4.	P.Pb 10	35866.11	10	10.65 ppm	6.50	Yes
5.	P.Pb 100	306347.78	100	101.40 ppm	1.40	Yes
6.	P.Pb 15	49313.89	15	15.16 ppm	1.08	Yes
7.	P.Pb 20	68637.78	20	21.65 ppm	8.23	Yes
8.	P.Pb 25	88616.11	25	28.35 ppm	13.39	Yes
9.	P.Pb 30	109809.44	30	35.46 ppm	18.20	Yes
10.	P.Pb 35	114543.89	35	37.05 ppm	5.85	Yes
11.	P.Pb 40	138910.56	40	45.22 ppm	13.06	Yes
12.	P.Pb 45	124991.11	45	40.55 ppm	9.88	Yes
13.	P.Pb 5	16937.78	5	4.30 ppm	14.01	Yes
14.	P.Pb 50	142038.33	50	46.27 ppm	7.46	Yes
15.	P.Pb 60	175006.67	60	57.33 ppm	4.44	Yes
16.	P.Pb 70	208226.67	70	68.48 ppm	2.17	Yes
17.	P.Pb 80	239075.56	80	78.83 ppm	1.46	Yes
18.	P.Pb 90	269422.78	90	89.01 ppm	1.10	Yes

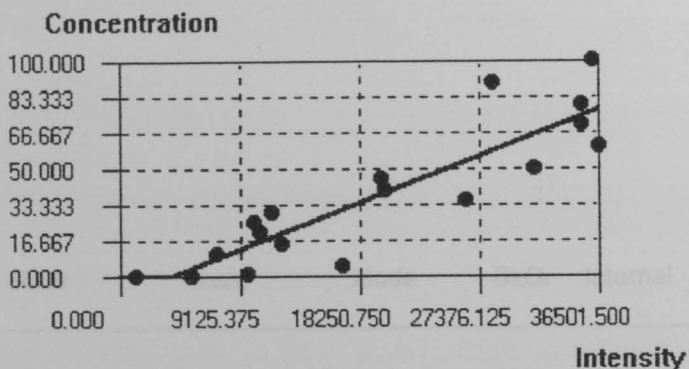
Analytical method

Line: Pb, 280.200 nm

Calibr. curve: $C = -9.2 + 0.00237 * X$

Parameters of curve

Sigma : 15.775
BEC : 9.2 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.88508
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	1159.33	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Pb 0.1	5349.50	0.1	3.49 ppm		Yes
3.	P.Pb 1	9752.28	1	13.95 ppm		Yes
4.	P.Pb 10	7275.78	10	8.07 ppm	19.33	Yes
5.	P.Pb 100	36092.61	100	76.47 ppm	23.53	Yes
6.	P.Pb 15	12339.28	15	20.09 ppm	33.90	Yes
7.	P.Pb 20	10622.33	20	16.01 ppm	19.95	Yes
8.	P.Pb 25	10176.17	25	14.95 ppm	40.19	Yes
9.	P.Pb 30	11564.39	30	18.25 ppm	39.18	Yes
10.	P.Pb 35	26312.00	35	53.25 ppm	52.15	Yes
11.	P.Pb 40	20240.06	40	38.84 ppm	2.90	Yes
12.	P.Pb 45	19890.67	45	38.01 ppm	15.53	Yes
13.	P.Pb 5	16971.33	5	31.08 ppm	521.6	Yes
14.	P.Pb 50	31607.22	50	65.82 ppm	31.64	Yes
15.	P.Pb 60	36501.50	60	77.44 ppm	29.06	Yes
16.	P.Pb 70	35138.11	70	74.20 ppm	6.00	Yes
17.	P.Pb 80	35211.17	80	74.37 ppm	7.03	Yes
18.	P.Pb 90	28428.56	90	58.27 ppm	35.25	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Line Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Ext. slit	Incr. (nm)	Anal mode
1. Pb	280.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Pb	280.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Pb	280.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do Pb 2Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 01-02-2001 14:15Last modification: 01-02-2001 18:46**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Pb	283.306	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Pb	280.200	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Pb	220.353	0.00	1000.00	ppm	Mono
2.	Pb	283.306	0.00	1000.00	ppm	Mono
3.	Pb	280.200	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Pb	220.353	Manual	No	540	1	G1
2.	Pb	283.306	Manual	No	680	1	G1
3.	Pb	280.200	Manual	No	810	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Pb	220.353	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2.	Pb	283.306	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3.	Pb	280.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max



Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Pb	220.353	0.2	25	75	0.003
2. Pb	283.306	0.2	25	75	0.003
3. Pb	280.200	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time		Small window	Large window	Increment (nm)
				normal	fast			
1. Pb	220.353	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Pb	283.306	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Pb	280.200	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

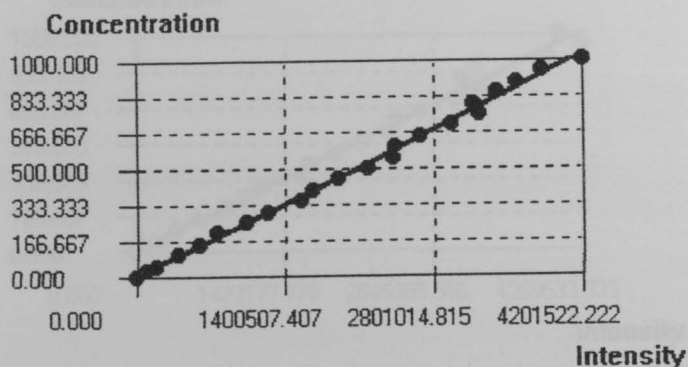
Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

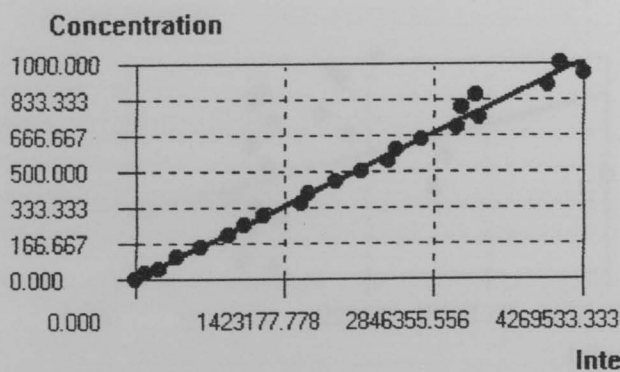
<u>Power:</u>	1200
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

Analytical method

Line: Pb, 220.353 nm**Calibr. curve:** $C = 8.56 + 0.000227 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve**Sigma :** 20.761**BEC :** 8.56 ppm**LOD :** *****Correl. :** 0.99819**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	705.56	0	8.72 ppm		Yes
2.	P.Pb 100	381361.11	100	95.79 ppm	4.21	Yes
3.	P.Pb 1000	4201522.2	1000	1033.71 ppm	3.37	Yes
4.	P.Pb 150	589666.67	150	143.93 ppm	4.05	Yes
5.	P.Pb 200	759283.33	200	183.38 ppm	8.31	Yes
6.	P.Pb 25	88066.67	25	28.60 ppm	14.42	Yes
7.	P.Pb 250	1024044.4	250	245.42 ppm	1.83	Yes
8.	P.Pb 300	1228566.6	300	293.73 ppm	2.09	Yes
9.	P.Pb 350	1539883.3	350	367.91 ppm	5.12	Yes
10.	P.Pb 400	1650327.7	400	394.41 ppm	1.40	Yes
11.	P.Pb 450	1896600.0	450	453.85 ppm	0.86	Yes
12.	P.Pb 50	181594.44	50	49.95 ppm	0.09	Yes
13.	P.Pb 500	2168977.7	500	520.16 ppm	4.03	Yes
14.	P.Pb 550	2409661.1	550	579.25 ppm	5.32	Yes
15.	P.Pb 600	2436766.6	600	585.93 ppm	2.34	Yes
16.	P.Pb 650	2678638.8	650	645.83 ppm	0.64	Yes
17.	P.Pb 700	2962111.1	700	716.63 ppm	2.38	Yes
18.	P.Pb 750	3226094.4	750	783.14 ppm	4.42	Yes
19.	P.Pb 800	3161405.5	800	766.79 ppm	4.15	Yes
20.	P.Pb 850	3393861.1	850	825.69 ppm	2.86	Yes
21.	P.Pb 900	3565905.5	900	869.57 ppm	3.38	Yes
22.	P.Pb 950	3811500.0	950	932.61 ppm	1.83	Yes

Analytical method

Line: Pb, 283.306 nm**Calibr. curve:** $C = 2.39 + 0.000237 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 32.887**BEC :** 2.39 ppm**LOD :** *****Correl. :** 0.99519**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	577.78	0	2.53 ppm		Yes
2.	P.Pb 100	391877.78	100	95.09 ppm	4.91	Yes
3.	P.Pb 1000	4038722.2	1000	957.72 ppm	4.23	Yes
4.	P.Pb 150	625505.56	150	150.35 ppm	0.23	Yes
5.	P.Pb 200	872577.78	200	208.79 ppm	4.40	Yes
6.	P.Pb 25	98561.11	25	25.70 ppm	2.81	Yes
7.	P.Pb 250	1038472.2	250	248.03 ppm	0.79	Yes
8.	P.Pb 300	1212355.5	300	289.16 ppm	3.61	Yes
9.	P.Pb 350	1578044.4	350	375.67 ppm	7.33	Yes
10.	P.Pb 400	1646783.3	400	391.93 ppm	2.02	Yes
11.	P.Pb 450	1901288.8	450	452.13 ppm	0.47	Yes
12.	P.Pb 50	215366.67	50	53.33 ppm	6.67	Yes
13.	P.Pb 500	2144477.7	500	509.65 ppm	1.93	Yes
14.	P.Pb 550	2409116.6	550	572.25 ppm	4.05	Yes
15.	P.Pb 600	2481605.5	600	589.40 ppm	1.77	Yes
16.	P.Pb 650	2743316.6	650	651.30 ppm	0.20	Yes
17.	P.Pb 700	3067066.6	700	727.89 ppm	3.98	Yes
18.	P.Pb 750	3272905.5	750	776.58 ppm	3.54	Yes
19.	P.Pb 800	3108794.4	800	737.76 ppm	7.78	Yes
20.	P.Pb 850	3231800.0	850	766.85 ppm	9.78	Yes
21.	P.Pb 900	3923938.8	900	930.57 ppm	3.40	Yes
22.	P.Pb 950	4269533.3	950	1012.32 ppm	6.56	Yes

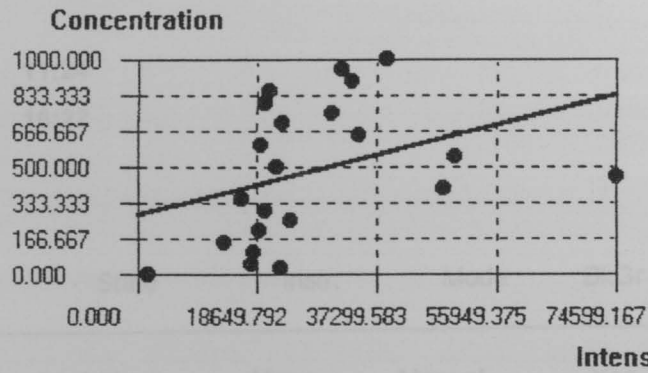
Analytical method

Line: Pb, 280.200 nm

Calibr. curve: $C = 276 + 0.00747 * X$

Parameters of curve

Sigma : 313.38
BEC : 276 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.35808
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	1632.67	0	288.14 ppm		Yes
2.	P.Pb 100	18101.89	100	411.19 ppm	311.1	Yes
3.	P.Pb 1000	38748.22	1000	565.44 ppm	43.46	Yes
4.	P.Pb 150	13576.61	150	377.38 ppm	151.5	Yes
5.	P.Pb 200	19090.67	200	418.57 ppm	109.2	Yes
6.	P.Pb 25	22463.61	25	443.78 ppm		Yes
7.	P.Pb 250	23712.11	250	453.10 ppm	81.24	Yes
8.	P.Pb 300	19760.39	300	423.58 ppm	41.19	Yes
9.	P.Pb 350	16200.28	350	396.98 ppm	13.42	Yes
10.	P.Pb 400	47582.83	400	631.45 ppm	57.86	Yes
11.	P.Pb 450	74599.17	450	833.30 ppm	85.18	Yes
12.	P.Pb 50	17619.50	50	407.58 ppm	715.1	Yes
13.	P.Pb 500	21595.61	500	437.29 ppm	12.54	Yes
14.	P.Pb 550	49379.72	550	644.87 ppm	17.25	Yes
15.	P.Pb 600	19240.11	600	419.69 ppm	30.05	Yes
16.	P.Pb 650	34592.89	650	534.40 ppm	17.79	Yes
17.	P.Pb 700	22646.67	700	445.14 ppm	36.41	Yes
18.	P.Pb 750	30200.44	750	501.58 ppm	33.12	Yes
19.	P.Pb 800	19838.11	800	424.16 ppm	46.98	Yes
20.	P.Pb 850	20419.78	850	428.51 ppm	49.59	Yes
21.	P.Pb 900	33415.67	900	525.60 ppm	41.60	Yes
22.	P.Pb 950	31765.39	950	513.27 ppm	45.97	Yes

Analytical method**Analytical method:** M.Calibração do Sb**Matrix:****Source type:** ICP**Author:** paula**Creation:** 09-02-2001 11:24**Last modification:** 19-02-2001 16:22**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Sb	206.833	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Sb	217.581	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Sb	231.147	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Sb	206.833	0.00	100.00	ppm	Mono
2.	Sb	217.581	0.00	100.00	ppm	Mono
3.	Sb	231.147	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Sb	206.833	Manual	No	610	10	G1
2.	Sb	217.581	Manual	No	590	10	G1
3.	Sb	231.147	Manual	No	610	10	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Sb	206.833	9	5	0.3	20	15	0.002	Gauss
2.	Sb	217.581	9	5	0.3	20	15	0.002	Gauss
3.	Sb	231.147	9	5	0.3	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Sb	206.833	0.2	15	51	0.003
2. Sb	217.581	0.2	15	51	0.003
3. Sb	231.147	0.2	15	51	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Sb	206.833	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.002
2. Sb	217.581	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
3. Sb	231.147	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (20.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	20.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	20.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

<u>Power:</u>	1100
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.02
<u>Nebulisation pressure:</u>	1.0 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

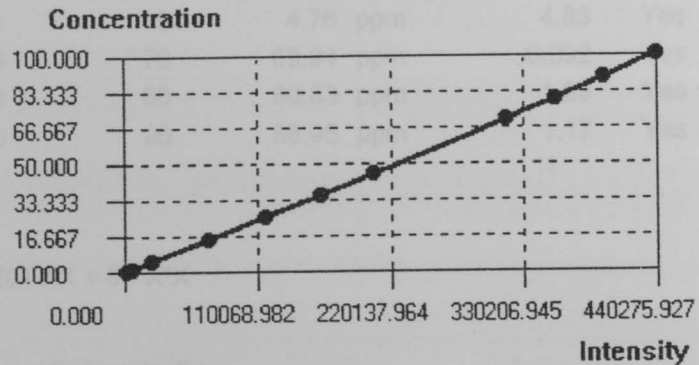
Analytical method

Line: Sb, 206.833 nm

Calibr. curve: $C = -0.205 + 0.000217 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 0.33399
BEC : 205 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99997
Weight: not used



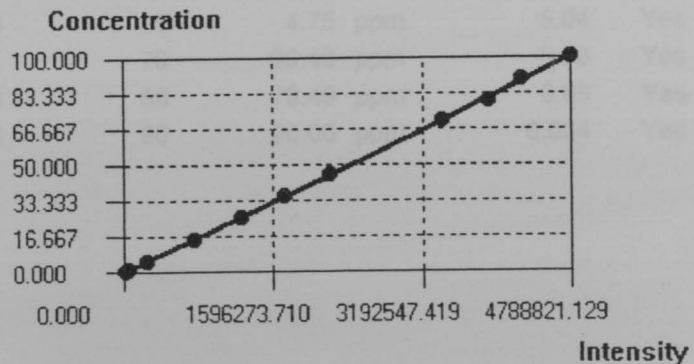
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	P.Sb 0.1	1759.76	0.1	0.177 ppm	77.25	Yes
2.	P.Sb 1	6095.55	1	1.12 ppm	11.90	Yes
3.	P.Sb 100	440275.93	100	100.41 ppm	0.41	Yes
4.	P.Sb 15	69521.01	15	14.91 ppm	0.57	Yes
5.	P.Sb 25	115847.71	25	25.05 ppm	0.19	Yes
6.	P.Sb 35	161812.95	35	35.19 ppm	0.54	Yes
7.	P.Sb 45	205818.50	45	45.01 ppm	0.016	Yes
8.	P.Sb 5	22655.22	5	4.72 ppm	5.67	Yes
9.	P.Sb 70	316003.89	70	70.27 ppm	0.39	Yes
10.	P.Sb 80	356485.73	80	79.87 ppm	0.16	Yes
11.	P.Sb 90	395807.19	90	89.38 ppm	0.68	Yes

Line: Sb, 217.581 nm

Calibr. curve: $C = -0.163 + 0.0000198 * X + 0 * X*X$

Parameters of curve

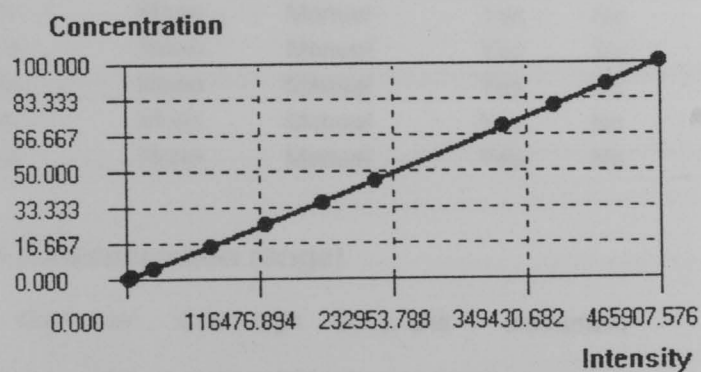
Sigma : 0.55595
BEC : 163 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99992
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	P.Sb 0.1	17623.62	0.1	0.186 ppm	86.30	Yes
2.	P.Sb 1	62879.09	1	1.08 ppm	8.49	Yes
					128	

Analytical method

3.	P.Sb 100	4788821.1	100	100.34 ppm	0.34	Yes
4.	P.Sb 15	751557.01	15	14.88 ppm	0.80	Yes
5.	P.Sb 25	1267671.6	25	25.37 ppm	1.47	Yes
6.	P.Sb 35	1732330.0	35	34.92 ppm	0.23	Yes
7.	P.Sb 45	2210068.1	45	44.85 ppm	0.33	Yes
8.	P.Sb 5	247375.21	5	4.76 ppm	4.83	Yes
9.	P.Sb 70	3394251.9	70	69.94 ppm	0.092	Yes
10.	P.Sb 80	3898649.2	80	80.83 ppm	1.03	Yes
11.	P.Sb 90	4271188.0	90	88.95 ppm	1.17	Yes

Line: Sb, 231.147 nm**Calibr. curve:** $C = -0.207 + 0.000204 * X + 0 * X^2$ Parameters of curve**Sigma :** 0.40308**BEC :** 207 ppb**LOD :** *****Correl. :** 0.99996**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	P.Sb 0.1	1657.66	0.1	0.131 ppm	31.24	Yes
2.	P.Sb 1	5951.84	1	1.01 ppm	0.79	Yes
3.	P.Sb 100	465907.58	100	100.43 ppm	0.43	Yes
4.	P.Sb 15	73605.50	15	14.95 ppm	0.37	Yes
5.	P.Sb 25	121882.94	25	25.04 ppm	0.14	Yes
6.	P.Sb 35	170498.65	35	35.32 ppm	0.91	Yes
7.	P.Sb 45	218127.79	45	45.51 ppm	1.14	Yes
8.	P.Sb 5	24219.89	5	4.75 ppm	5.04	Yes
9.	P.Sb 70	328064.71	70	69.49 ppm	0.73	Yes
10.	P.Sb 80	373124.63	80	79.49 ppm	0.63	Yes
11.	P.Sb 90	419918.43	90	90.00 ppm	0.004	Yes

Analytical methodAnalytical method: M.calibração do SnMatrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 26-01-2001 12:11Last modification: 29-01-2001 16:20**Lines**

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Sn	235.484	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Sn	242.949	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Sn	189.989	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Sn	242.170	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5. Sn	283.999	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Sn	235.484	0.00	100.00	ppm	Mono
2. Sn	242.949	0.00	100.00	ppm	Mono
3. Sn	189.989	0.00	100.00	ppm	Mono
4. Sn	242.170	0.00	100.00	ppm	Mono
5. Sn	283.999	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Sn	235.484	Manual	No	600	10	G1
2. Sn	242.949	Manual	No	610	10	G1
3. Sn	189.989	Manual	No	600	10	G1
4. Sn	242.170	Manual	No	660	10	G1
5. Sn	283.999	Manual	No	650	10	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
---------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	------------

Analytical method

1. Sn	235.484	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
2. Sn	242.949	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
3. Sn	189.989	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
4. Sn	242.170	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
5. Sn	283.999	1	1	2.0	20	15	0.002 Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Sn	235.484	0.2	25	75	0.003
2. Sn	242.949	0.2	25	75	0.003
3. Sn	189.989	0.2	25	75	0.003
4. Sn	242.170	0.2	25	75	0.003
5. Sn	283.999	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Sn	235.484	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Sn	242.949	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Sn	189.989	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Sn	242.170	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
5. Sn	283.999	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

- Analysis mode: Normal
- Rinsing time: Fixed (10.0 s)
- Rinsing pump speed: High speed
- Transfer time: 15.0 s
- Stabilisation time: 10.0 s
- Transfer pump speed: High speed
- Delay of synchronization: 0.0 s
- Stop of pump during replacement: No

Sample Name	Intensity	Chem. Cond.	Calc. Conc.	Rel. dev.(%)	Valid
12. P.Sn 45	182496.07	45	45.35 ppm	1.21	Yes
13. P.Sn 5	14301.67	5	4.30 ppm	2.01	Yes
14. P.Sn 50	200748.07	50	49.98 ppm	0.046	Yes
16. P.Sn 60	240405.36	60	59.03 ppm	0.52	Yes
18. P.Sn 70	283141.11	70	69.99 ppm	0.031	Yes
17. P.Sn 80	312025.56	80	76.99 ppm	3.78	Yes



Analytical method

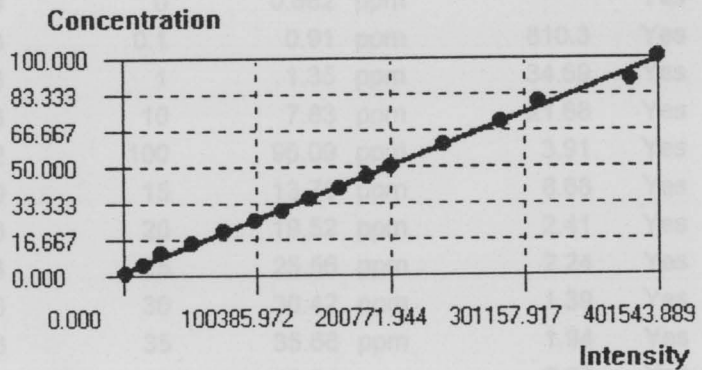
Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Sn, 235.484 nm
Calibr. curve: $C = 1.24 + 0.000243 * X$

Parameters of curve

Sigma : 1.5127
BEC : 1.24 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.999
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Sn 0.1		0.1	ppm		Yes
3.	P.Sn 1	1563.33	1	1.62 ppm	62.12	Yes
4.	P.Sn 10	27372.78	10	7.89 ppm	21.13	Yes
5.	P.Sn 100	401543.89	100	98.72 ppm	1.28	Yes
6.	P.Sn 15	51603.33	15	13.77 ppm	8.21	Yes
7.	P.Sn 20	75290.00	20	19.52 ppm	2.40	Yes
8.	P.Sn 25	99329.44	25	25.36 ppm	1.42	Yes
9.	P.Sn 30	119530.00	30	30.26 ppm	0.86	Yes
10.	P.Sn 35	140620.00	35	35.38 ppm	1.08	Yes
11.	P.Sn 40	162235.56	40	40.63 ppm	1.57	Yes
12.	P.Sn 45	182496.67	45	45.55 ppm	1.21	Yes
13.	P.Sn 5	14901.67	5	4.86 ppm	2.81	Yes
14.	P.Sn 50	200746.67	50	49.98 ppm	0.048	Yes
15.	P.Sn 60	240495.56	60	59.63 ppm	0.62	Yes
16.	P.Sn 70	283141.11	70	69.98 ppm	0.031	Yes
17.	P.Sn 80	312025.56	80	76.99 ppm	3.76	Yes

Analytical method

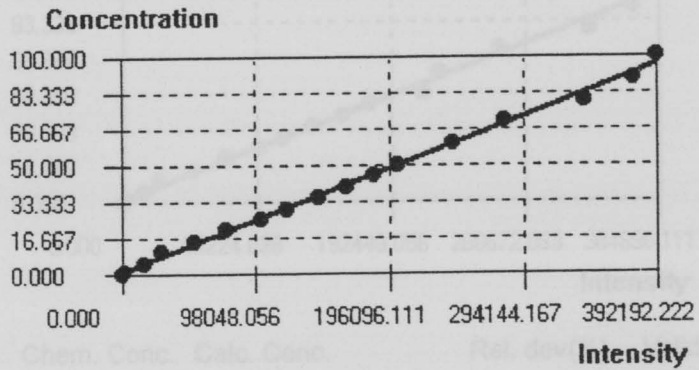
18. P.Sn 90 380672.22 90 93.66 ppm 4.06 Yes

Line: Sn, 242.949 nm

Calibr. curve: $C = 0.833 + 0.000243 * X$

Parameters of curve

Sigma : 1.6392
BEC : 833 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99883
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	118.89	0	0.862 ppm	78.37	Yes
2.	P.Sn 0.1	317.78	0.1	0.91 ppm	810.3	Yes
3.	P.Sn 1	2115.56	1	1.35 ppm	34.69	Yes
4.	P.Sn 10	28815.56	10	7.83 ppm	21.68	Yes
5.	P.Sn 100	392192.22	100	96.09 ppm	3.91	Yes
6.	P.Sn 15	52968.89	15	13.70 ppm	8.68	Yes
7.	P.Sn 20	76930.56	20	19.52 ppm	2.41	Yes
8.	P.Sn 25	101804.44	25	25.56 ppm	2.24	Yes
9.	P.Sn 30	121805.56	30	30.42 ppm	1.39	Yes
10.	P.Sn 35	143470.56	35	35.68 ppm	1.94	Yes
11.	P.Sn 40	164586.67	40	40.81 ppm	2.02	Yes
12.	P.Sn 45	184547.22	45	45.66 ppm	1.46	Yes
13.	P.Sn 5	15906.67	5	4.70 ppm	6.07	Yes
14.	P.Sn 50	201231.11	50	49.71 ppm	0.58	Yes
15.	P.Sn 60	241761.11	60	59.55 ppm	0.75	Yes
16.	P.Sn 70	279842.22	70	68.80 ppm	1.71	Yes
17.	P.Sn 80	338615.56	80	83.08 ppm	3.85	Yes
18.	P.Sn 90	374878.89	90	91.88 ppm	2.09	Yes

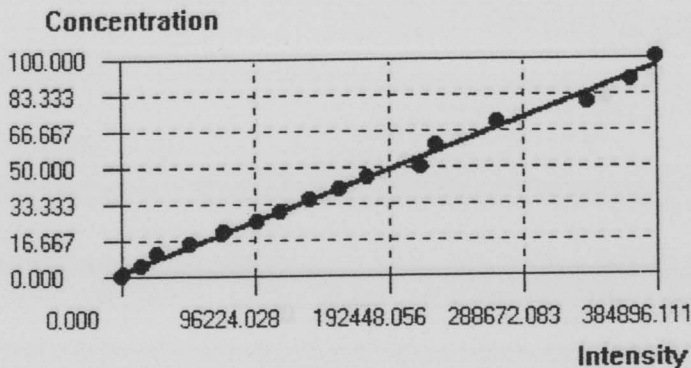
Analytical method

Line: Sn, 189.989 nm

Calibr. curve: $C = 1.3 + 0.000247 * X$

Parameters of curve

Sigma : 2.251
BEC : 1.3 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99779
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	79.44	0	1.32 ppm		Yes
2.	P.Sn 0.1	270.56	0.1	1.36 ppm		Yes
3.	P.Sn 1	1896.67	1	1.76 ppm	76.37	Yes
4.	P.Sn 10	26107.78	10	7.74 ppm	22.65	Yes
5.	P.Sn 100	384896.11	100	96.23 ppm	3.77	Yes
6.	P.Sn 15	50031.11	15	13.64 ppm	9.09	Yes
7.	P.Sn 20	73449.44	20	19.41 ppm	2.94	Yes
8.	P.Sn 25	97046.11	25	25.23 ppm	0.93	Yes
9.	P.Sn 30	115287.22	30	29.73 ppm	0.90	Yes
10.	P.Sn 35	136466.67	35	34.96 ppm	0.13	Yes
11.	P.Sn 40	156485.00	40	39.89 ppm	0.27	Yes
12.	P.Sn 45	176502.78	45	44.83 ppm	0.38	Yes
13.	P.Sn 5	14543.89	5	4.88 ppm	2.34	Yes
14.	P.Sn 50	215490.56	50	54.45 ppm	8.89	Yes
15.	P.Sn 60	226658.33	60	57.20 ppm	4.66	Yes
16.	P.Sn 70	269798.33	70	67.84 ppm	3.08	Yes
17.	P.Sn 80	334810.00	80	83.88 ppm	4.85	Yes
18.	P.Sn 90	366747.22	90	91.75 ppm	1.95	Yes

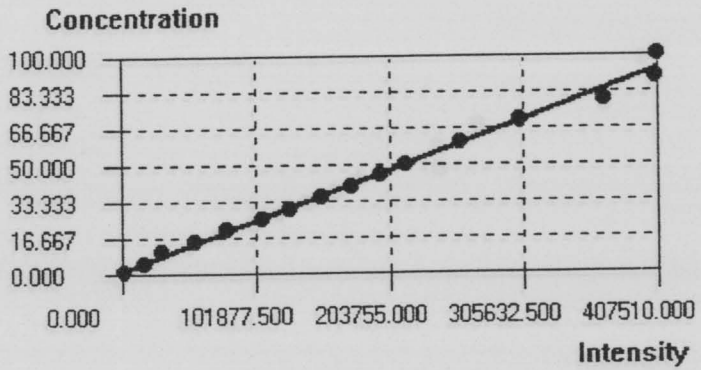
Analytical method

Line: Sn, 242.170 nm

Calibr. curve: $C = 1.15 + 0.000227 * X$

Parameters of curve

Sigma : 2.3267
BEC : 1.15 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99764
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	0	0	1.74 ppm		Yes
2.	P.Sn 0.1	0.1	0.1	1.75 ppm		Yes
3.	P.Sn 1	1821.67	1	1.56 ppm	55.96	Yes
4.	P.Sn 10	29258.89	10	7.78 ppm	22.24	Yes
5.	P.Sn 100	407510.00	100	93.48 ppm	6.52	Yes
6.	P.Sn 15	54903.33	15	13.59 ppm	9.43	Yes
7.	P.Sn 20	79896.67	20	19.25 ppm	3.76	Yes
8.	P.Sn 25	106981.67	25	25.39 ppm	1.54	Yes
9.	P.Sn 30	128030.56	30	30.15 ppm	0.52	Yes
10.	P.Sn 35	151897.78	35	35.56 ppm	1.61	Yes
11.	P.Sn 40	173746.11	40	40.51 ppm	1.28	Yes
12.	P.Sn 45	195609.44	45	45.47 ppm	1.04	Yes
13.	P.Sn 5	15981.67	5	4.77 ppm	4.64	Yes
14.	P.Sn 50	215616.67	50	50.00 ppm	0.002	Yes
15.	P.Sn 60	257588.33	60	59.51 ppm	0.82	Yes
16.	P.Sn 70	301978.33	70	69.57 ppm	0.62	Yes
17.	P.Sn 80	366323.89	80	84.14 ppm	5.18	Yes
18.	P.Sn 90	406052.78	90	93.15 ppm	3.50	Yes

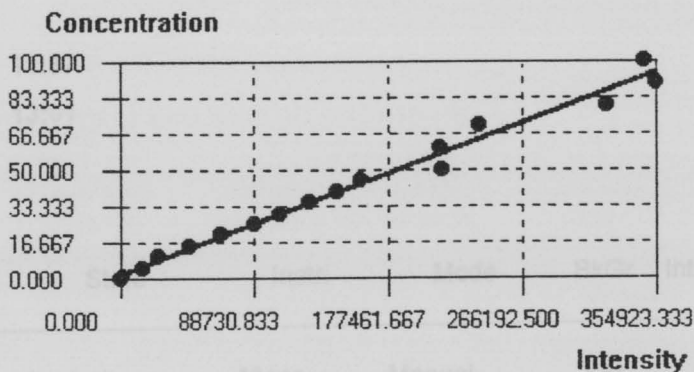
Analytical method

Line: Sn, 283.999 nm

Calibr. curve: $C = 1.73 + 0.000262 * X$

Parameters of curve

Sigma : 3.9088
 BEC : 1.73 ppm
 LOD : ***
 Correl. : 0.99333
 Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	56.67	0	1.74 ppm		Yes
2.	P.Sn 0.1	232.78	0.1	1.79 ppm		Yes
3.	P.Sn 1	1828.89	1	2.21 ppm	120.7	Yes
4.	P.Sn 10	25222.78	10	8.34 ppm	16.64	Yes
5.	P.Sn 100	346468.33	100	92.50 ppm	7.50	Yes
6.	P.Sn 15	45786.67	15	13.72 ppm	8.51	Yes
7.	P.Sn 20	66708.89	20	19.21 ppm	3.97	Yes
8.	P.Sn 25	88171.11	25	24.83 ppm	0.69	Yes
9.	P.Sn 30	105313.89	30	29.32 ppm	2.27	Yes
10.	P.Sn 35	125858.33	35	34.70 ppm	0.85	Yes
11.	P.Sn 40	144115.00	40	39.49 ppm	1.29	Yes
12.	P.Sn 45	159608.89	45	43.54 ppm	3.23	Yes
13.	P.Sn 5	13844.44	5	5.36 ppm	7.11	Yes
14.	P.Sn 50	212475.00	50	57.39 ppm	14.79	Yes
15.	P.Sn 60	211610.00	60	57.17 ppm	4.72	Yes
16.	P.Sn 70	237758.89	70	64.02 ppm	8.54	Yes
17.	P.Sn 80	321896.11	80	86.06 ppm	7.58	Yes
18.	P.Sn 90	354923.33	90	94.72 ppm	5.24	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

LN Name	Wl. length	M	C	Int. time	Entr.	Exit	Incr	Anal. mode
	points	points		(sec)	slit	slit	(nm)	
1. Sn	283.999	Manual	No				600	Q1
2. Sn	242.519	Manual	No				610	Q1
3. Sn	188.986	Manual	No				610	Q1
4. Sn	242.170	Manual	No				660	Q1
5. Sn	283.999	Manual	No				650	Q1

Analytical methodAnalytical method: M.Calibração do Sn 2Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 30-01-2001 11:37Last modification: 31-01-2001 13:01

Lines	NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Sn	235.484	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Sn	242.949	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Sn	189.989	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Sn	242.170	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5.	Sn	283.999	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Sn	235.484	0.00	1000.00	ppm	Mono
2. Sn	242.949	0.00	1000.00	ppm	Mono
3. Sn	189.989	0.00	1000.00	ppm	Mono
4. Sn	242.170	0.00	1000.00	ppm	Mono
5. Sn	283.999	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Sn	235.484	Manual	No	600	1	G1
2. Sn	242.949	Manual	No	610	1	G1
3. Sn	189.989	Manual	No	610	1	G1
4. Sn	242.170	Manual	No	660	1	G1
5. Sn	283.999	Manual	No	650	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
---------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	------------

Analytical method

1. Sn	235.484	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
2. Sn	242.949	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
3. Sn	189.989	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
4. Sn	242.170	1	1	2.0	20	15	0.002 Max
5. Sn	283.999	1	1	2.0	20	15	0.002 Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Sn	235.484	0.2	25	75	0.003
2. Sn	242.949	0.2	25	75	0.003
3. Sn	189.989	0.2	25	75	0.003
4. Sn	242.170	0.2	25	75	0.003
5. Sn	283.999	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Sn	235.484	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Sn	242.949	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Sn	189.989	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Sn	242.170	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
5. Sn	283.999	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Analytical method

Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

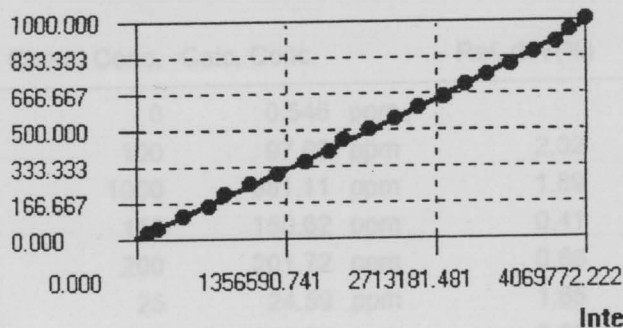
Line: Sn, 235.484 nm

Calibr. curve: $C = 5.35 + 0.000227 * X + 0 * X*X*X$

Parameters of curve

Sigma : 8.5903
BEC : 5.35 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99969
Weight: not used

Concentration



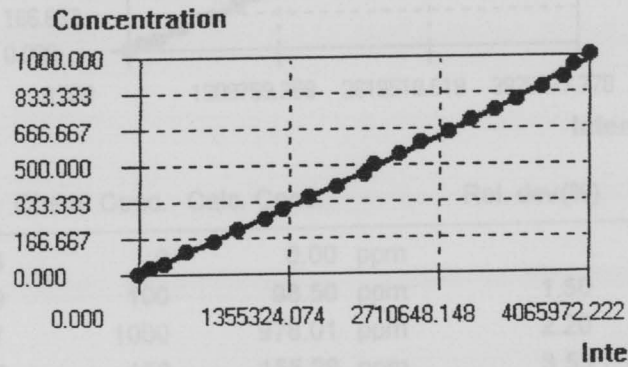
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco		0	ppm		Yes
2.	P.Sn 100	421500.00	100	101.16 ppm	1.16	Yes
3.	P.Sn 1000	4069772.2	1000	982.05 ppm	1.80	Yes
4.	P.Sn 150	657111.11	150	154.84 ppm	3.23	Yes
5.	P.Sn 200	809538.89	200	189.66 ppm	5.17	Yes
6.	P.Sn 25	104277.78	25	29.04 ppm	16.15	Yes
7.	P.Sn 250	1029172.2	250	239.98 ppm	4.01	Yes
8.	P.Sn 300	1277483.3	300	297.16 ppm	0.95	Yes
9.	P.Sn 350	1527033.3	350	354.99 ppm	1.43	Yes
10.	P.Sn 400	1755250.0	400	408.27 ppm	2.07	Yes
11.	P.Sn 450	1882266.6	450	438.10 ppm	2.65	Yes
12.	P.Sn 50	202694.44	50	51.40 ppm	2.80	Yes
13.	P.Sn 500	2113438.8	500	492.76 ppm	1.45	Yes
14.	P.Sn 550	2341477.7	550	547.19 ppm	0.51	Yes
15.	P.Sn 600	2556627.7	600	599.06 ppm	0.16	Yes
16.	P.Sn 650	2785033.3	650	654.73 ppm	0.73	Yes
17.	P.Sn 700	2987700.0	700	704.70 ppm	0.67	Yes

Analytical method

18.	P.Sn 750	3173127.7	750	750.91 ppm	0.12	Yes
19.	P.Sn 800	3383155.5	800	803.86 ppm	0.48	Yes
20.	P.Sn 850	3613583.3	850	862.76 ppm	1.50	Yes
21.	P.Sn 900	3807072.2	900	912.90 ppm	1.43	Yes
22.	P.Sn 950	3926538.8	950	944.19 ppm	0.61	Yes

Line: Sn, 242.949 nm**Calibr. curve:** $C = 0.499 + 0.000224 * X + 0 * X^2 * X$ Parameters of curve

Sigma : 9.8063
BEC : 499 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.9996
Weight: not used

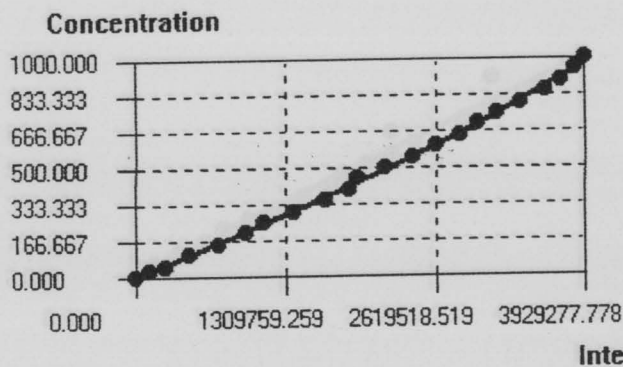


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	211.11	0	0.546 ppm		Yes
2.	P.Sn 100	435144.44	100	97.98 ppm	2.02	Yes
3.	P.Sn 1000	4065972.2	1000	981.11 ppm	1.89	Yes
4.	P.Sn 150	669288.89	150	150.62 ppm	0.41	Yes
5.	P.Sn 200	895616.67	200	201.72 ppm	0.86	Yes
6.	P.Sn 25	107616.67	25	24.59 ppm	1.65	Yes
7.	P.Sn 250	1133866.6	250	255.82 ppm	2.33	Yes
8.	P.Sn 300	1297822.2	300	293.29 ppm	2.24	Yes
9.	P.Sn 350	1542383.3	350	349.58 ppm	0.12	Yes
10.	P.Sn 400	1777000.0	400	404.14 ppm	1.03	Yes
11.	P.Sn 450	2040350.0	450	466.11 ppm	3.58	Yes
12.	P.Sn 50	227061.11	50	51.33 ppm	2.67	Yes
13.	P.Sn 500	2119966.6	500	485.01 ppm	3.00	Yes
14.	P.Sn 550	2357305.5	550	541.88 ppm	1.48	Yes
15.	P.Sn 600	2559016.6	600	590.87 ppm	1.52	Yes
16.	P.Sn 650	2791461.1	650	648.14 ppm	0.29	Yes
17.	P.Sn 700	2993205.5	700	698.61 ppm	0.20	Yes
18.	P.Sn 750	3201933.3	750	751.63 ppm	0.22	Yes
19.	P.Sn 800	3411161.1	800	805.67 ppm	0.71	Yes
20.	P.Sn 850	3643927.7	850	866.89 ppm	1.99	Yes
21.	P.Sn 900	3828238.8	900	916.24 ppm	1.80	Yes
22.	P.Sn 950	3927766.6	950	943.23 ppm	0.71	Yes

Analytical method

Line: Sn, 189.989 nmCalibr. curve: $C = -2.27 + 0.000215 * X + 0 * X*X*X$ Parameters of curve

Sigma : 10.759
 BEC : 2.27 ppm
 LOD : ***
 Correl. : 0.99951
 Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	255.56	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Sn 100	468088.89	100	98.50 ppm	1.50	Yes
3.	P.Sn 1000	3929277.7	1000	978.01 ppm	2.20	Yes
4.	P.Sn 150	729472.22	150	155.29 ppm	3.53	Yes
5.	P.Sn 200	965977.78	200	207.24 ppm	3.62	Yes
6.	P.Sn 25	120783.33	25	23.68 ppm	5.29	Yes
7.	P.Sn 250	1118366.6	250	241.09 ppm	3.56	Yes
8.	P.Sn 300	1374188.8	300	298.73 ppm	0.42	Yes
9.	P.Sn 350	1646711.1	350	361.47 ppm	3.28	Yes
10.	P.Sn 400	1863933.3	400	412.64 ppm	3.16	Yes
11.	P.Sn 450	1937572.2	450	430.25 ppm	4.39	Yes
12.	P.Sn 50	255333.33	50	52.61 ppm	5.22	Yes
13.	P.Sn 500	2178461.1	500	488.88 ppm	2.22	Yes
14.	P.Sn 550	2412583.3	550	547.49 ppm	0.46	Yes
15.	P.Sn 600	2616177.7	600	599.90 ppm	0.016	Yes
16.	P.Sn 650	2822661.1	650	654.55 ppm	0.70	Yes
17.	P.Sn 700	2983955.5	700	698.36 ppm	0.23	Yes
18.	P.Sn 750	3147116.6	750	743.74 ppm	0.83	Yes
19.	P.Sn 800	3354033.3	800	802.93 ppm	0.37	Yes
20.	P.Sn 850	3577705.5	850	869.09 ppm	2.25	Yes
21.	P.Sn 900	3722733.3	900	913.27 ppm	1.47	Yes
22.	P.Sn 950	3839116.6	950	949.48 ppm	0.055	Yes



Analytical method

Line: Sn, 242.170 nmCalibr. curve: $C = -11.2 + 0.000245 * X$ Parameters of curve

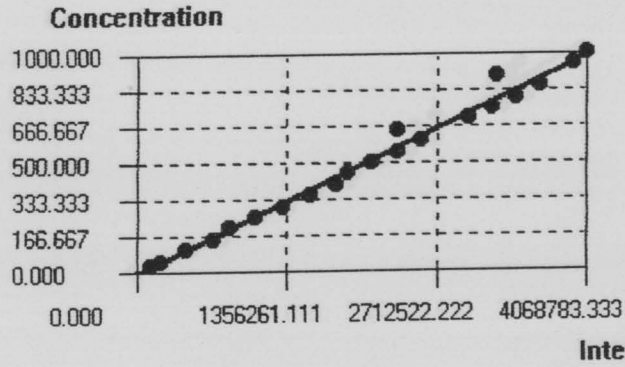
Sigma : 37.08

BEC : 11.2 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99388

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	156.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Sn 100	449150.00	100	98.91 ppm	1.09	Yes
3.	P.Sn 1000	4068783.3	1000	986.20 ppm	1.38	Yes
4.	P.Sn 150	699038.89	150	160.17 ppm	6.78	Yes
5.	P.Sn 200	838755.56	200	194.42 ppm	2.79	Yes
6.	P.Sn 25	116261.11	25	17.31 ppm	30.76	Yes
7.	P.Sn 250	1068972.2	250	250.85 ppm	0.34	Yes
8.	P.Sn 300	1320350.0	300	312.47 ppm	4.16	Yes
9.	P.Sn 350	1569683.3	350	373.59 ppm	6.74	Yes
10.	P.Sn 400	1796277.7	400	429.14 ppm	7.28	Yes
11.	P.Sn 450	1904155.5	450	455.58 ppm	1.24	Yes
12.	P.Sn 50	215600.00	50	41.66 ppm	16.68	Yes
13.	P.Sn 500	2131711.1	500	511.36 ppm	2.27	Yes
14.	P.Sn 550	2354472.2	550	565.97 ppm	2.90	Yes
15.	P.Sn 600	2569027.7	600	618.56 ppm	3.09	Yes
16.	P.Sn 650	2356638.8	650	566.50 ppm	12.85	Yes
17.	P.Sn 700	3005894.4	700	725.65 ppm	3.66	Yes
18.	P.Sn 750	3206616.6	750	774.86 ppm	3.31	Yes
19.	P.Sn 800	3421238.8	800	827.47 ppm	3.43	Yes
20.	P.Sn 850	3647000.0	850	882.81 ppm	3.86	Yes
21.	P.Sn 900	3250383.3	900	785.59 ppm	12.71	Yes
22.	P.Sn 950	3950222.2	950	957.14 ppm	0.75	Yes

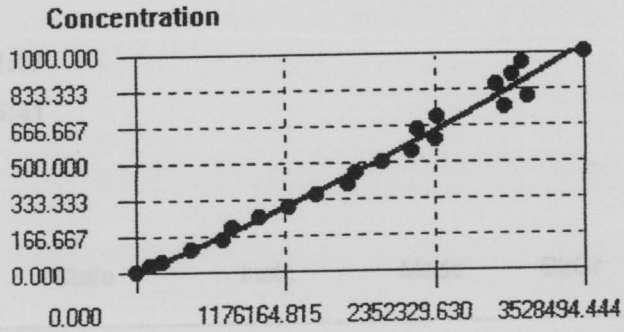
Analytical method

Line: Sn, 283.999 nm

Calibr. curve: $C = -4.01 + 0.000235 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 45.077
BEC : 4.01 ppm
LOD : ***
Correl. : 0.99142
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	150.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Sn 100	436316.67	100	101.74 ppm	1.74	Yes
3.	P.Sn 1000	3528494.4	1000	1035.36 ppm	3.54	Yes
4.	P.Sn 150	675061.11	150	162.33 ppm	8.22	Yes
5.	P.Sn 200	756838.89	200	183.53 ppm	8.24	Yes
6.	P.Sn 25	108838.89	25	21.77 ppm	12.93	Yes
7.	P.Sn 250	973633.33	250	240.81 ppm	3.68	Yes
8.	P.Sn 300	1210716.6	300	305.27 ppm	1.76	Yes
9.	P.Sn 350	1428894.4	350	366.26 ppm	4.65	Yes
10.	P.Sn 400	1668583.3	400	435.12 ppm	8.78	Yes
11.	P.Sn 450	1735466.6	450	454.68 ppm	1.04	Yes
12.	P.Sn 50	208594.44	50	45.75 ppm	8.51	Yes
13.	P.Sn 500	1931588.8	500	512.91 ppm	2.58	Yes
14.	P.Sn 550	2159694.4	550	582.27 ppm	5.87	Yes
15.	P.Sn 600	2352655.5	600	642.32 ppm	7.05	Yes
16.	P.Sn 650	2211655.5	650	598.32 ppm	7.95	Yes
17.	P.Sn 700	2369633.3	700	647.66 ppm	7.48	Yes
18.	P.Sn 750	2889800.0	750	816.08 ppm	8.81	Yes
19.	P.Sn 800	3076811.1	800	878.86 ppm	9.86	Yes
20.	P.Sn 850	2829077.7	850	795.95 ppm	6.36	Yes
21.	P.Sn 900	2959200.0	900	839.24 ppm	6.75	Yes
22.	P.Sn 950	3029161.1	950	862.75 ppm	9.18	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

Line Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Exp. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Zn	213.856	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Zn	324.502	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Zn	208.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Zn	302.851	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method**Analytical method:** M.Calibração do Zn**Matrix:****Source type:** ICP**Author:** paula**Creation:** 17-01-2001 11:57**Last modification:** 17-01-2001 15:41**Lines**

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Zn	213.856	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Zn	334.502	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Zn	206.200	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Zn	202.551	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Zn	213.856	0.00	100.00	ppm	Mono
2. Zn	334.502	0.00	100.00	ppm	Mono
3. Zn	206.200	0.00	100.00	ppm	Mono
4. Zn	202.551	0.00	100.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Zn	213.856	Manual	No	500	1	G1
2. Zn	334.502	Manual	No	570	100	G1
3. Zn	206.200	Manual	No	570	1	G1
4. Zn	202.551	Manual	No	550	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Zn	213.856	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Zn	334.502	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Zn	206.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Zn	202.551	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Zn	213.856	0.2	25	75	0.003
2. Zn	334.502	0.2	25	75	0.003
3. Zn	206.200	0.2	25	75	0.003
4. Zn	202.551	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Zn	213.856	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Zn	334.502	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Zn	206.200	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Zn	202.551	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

	Intensity	Conc.	Calc. Conc.	Ret. dry (%)	Valid
5. P.Zn 100	3428133.3	100	89.94 ppm	10.05	Yes
6. P.Zn 15	744258.89	15	15.07 ppm	0.47	Yes
7. P.Zn 20	923977.78	20	19.05 ppm	4.59	Yes
8. P.Zn 25	1227484.4	25	26.15 ppm	4.73	Yes
9. P.Zn 30	1455583.3	30	31.79 ppm	5.95	Yes
10. P.Zn 35	1641786.8	35	36.54 ppm	4.39	Yes
11. P.Zn 40	1814277.7	40	41.07 ppm	2.89	Yes
12. P.Zn 45	1980244.4	45	45.57 ppm	1.26	Yes
13. P.Zn 5	246215.67	5	4.71 ppm	5.67	Yes
14. P.Zn 50	2117927.7	50	49.33 ppm	1.23	Yes
15. P.Zn 60	2413277.7	60	57.85 ppm	3.57	Yes
16. P.Zn 70	2711972.2	70	66.82 ppm	4.54	Yes
17. P.Zn 80	3327072.2	80	83.54 ppm	8.18	Yes

Analytical method

Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

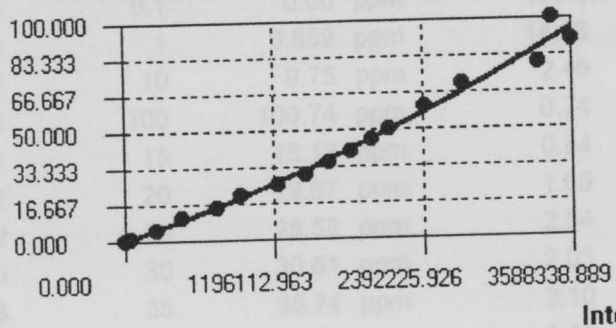
Line: Zn, 213.856 nm

Calibr. curve: $C = -0.00863 + 0.0000186 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 3.7683
BEC : 8.63 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99421
Weight: not used

Concentration



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	255.56	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 0.1	5944.44	0.1	0.102 ppm	2.03	Yes
3.	P.Zn 1	54300.00	1	1.01 ppm	0.81	Yes
4.	P.Zn 10	459400.00	10	9.01 ppm	9.92	Yes
5.	P.Zn 100	3428133.3	100	89.94 ppm	10.06	Yes
6.	P.Zn 15	744288.89	15	15.07 ppm	0.47	Yes
7.	P.Zn 20	923977.78	20	19.08 ppm	4.59	Yes
8.	P.Zn 25	1227494.4	25	26.18 ppm	4.73	Yes
9.	P.Zn 30	1455583.3	30	31.79 ppm	5.96	Yes
10.	P.Zn 35	1641766.6	35	36.54 ppm	4.39	Yes
11.	P.Zn 40	1814277.7	40	41.07 ppm	2.69	Yes
12.	P.Zn 45	1980344.4	45	45.57 ppm	1.26	Yes
13.	P.Zn 5	246216.67	5	4.71 ppm	5.87	Yes
14.	P.Zn 50	2117927.7	50	49.38 ppm	1.23	Yes
15.	P.Zn 60	2413277.7	60	57.86 ppm	3.57	Yes
16.	P.Zn 70	2711972.2	70	66.82 ppm	4.54	Yes
17.	P.Zn 80	3327072.2	80	86.54 ppm	8.18	Yes

Analytical method

18. P.Zn 90 3588338.8 90 95.43 ppm 6.03 Yes

Line: Zn, 334.502 nm

Calibr. curve: $C = -1.02 + 0.00234 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

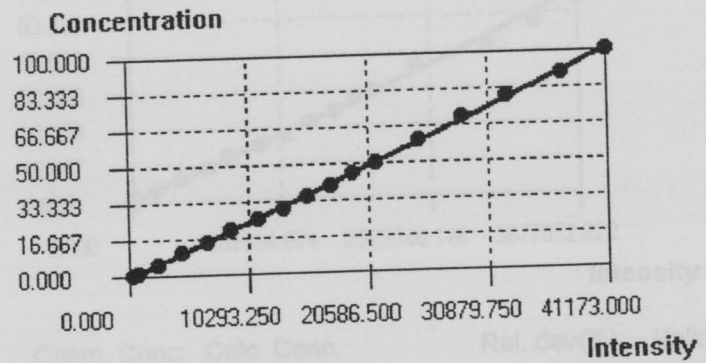
Sigma : 0.72444

BEC : 1.02 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99979

Weight: not used

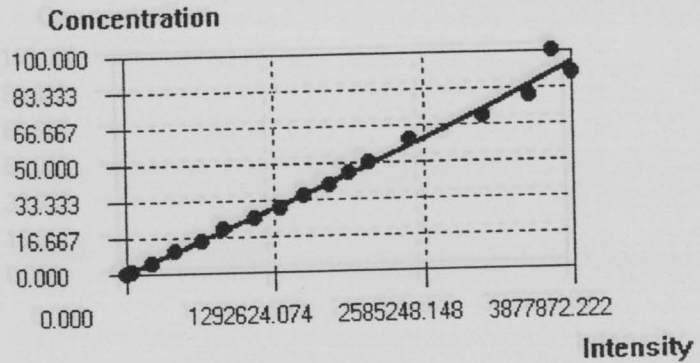


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	351.28	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 0.1	389.56	0.1	0.00 ppm	100.0	Yes
3.	P.Zn 1	800.28	1	0.859 ppm	14.08	Yes
4.	P.Zn 10	4569.17	10	9.75 ppm	2.46	Yes
5.	P.Zn 100	41173.00	100	100.74 ppm	0.74	Yes
6.	P.Zn 15	6827.94	15	15.13 ppm	0.84	Yes
7.	P.Zn 20	8727.78	20	19.67 ppm	1.65	Yes
8.	P.Zn 25	11186.72	25	25.58 ppm	2.34	Yes
9.	P.Zn 30	13263.50	30	30.61 ppm	2.03	Yes
10.	P.Zn 35	15371.28	35	35.74 ppm	2.10	Yes
11.	P.Zn 40	17352.11	40	40.58 ppm	1.45	Yes
12.	P.Zn 45	19297.00	45	45.36 ppm	0.80	Yes
13.	P.Zn 5	2521.72	5	4.91 ppm	1.79	Yes
14.	P.Zn 50	21209.33	50	50.08 ppm	0.16	Yes
15.	P.Zn 60	24896.67	60	59.25 ppm	1.25	Yes
16.	P.Zn 70	28756.83	70	68.94 ppm	1.51	Yes
17.	P.Zn 80	32495.94	80	78.42 ppm	1.98	Yes
18.	P.Zn 90	37319.89	90	90.77 ppm	0.86	Yes

Analytical method

Line: Zn, 206.200 nm**Calibr. curve:** $C = 0.0393 + 0.0000226 * X + 0 * X*X*X$ Parameters of curve

Sigma : 3.469
BEC : 39.3 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.9951
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	72.22	0	0.0409 ppm		Yes
2.	P.Zn 0.1	4750.00	0.1	0.146 ppm	46.47	Yes
3.	P.Zn 1	47744.44	1	1.12 ppm	11.68	Yes
4.	P.Zn 10	422511.11	10	9.58 ppm	4.16	Yes
5.	P.Zn 100	3699833.3	100	89.72 ppm	10.28	Yes
6.	P.Zn 15	664833.33	15	15.08 ppm	0.53	Yes
7.	P.Zn 20	848416.67	20	19.26 ppm	3.70	Yes
8.	P.Zn 25	1130466.6	25	25.73 ppm	2.91	Yes
9.	P.Zn 30	1347838.8	30	30.76 ppm	2.52	Yes
10.	P.Zn 35	1552322.2	35	35.53 ppm	1.51	Yes
11.	P.Zn 40	1763850.0	40	40.52 ppm	1.29	Yes
12.	P.Zn 45	1938522.2	45	44.68 ppm	0.72	Yes
13.	P.Zn 5	217927.78	5	4.96 ppm	0.83	Yes
14.	P.Zn 50	2115294.4	50	48.93 ppm	2.13	Yes
15.	P.Zn 60	2465766.6	60	57.52 ppm	4.14	Yes
16.	P.Zn 70	3097200.0	70	73.56 ppm	5.09	Yes
17.	P.Zn 80	3501222.2	80	84.30 ppm	5.37	Yes
18.	P.Zn 90	3877872.2	90	94.68 ppm	5.20	Yes

Analytical method

Line: Zn, 202.551 nm

Calibr. curve: $C = 0.303 + 0.0000224 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 3.6731

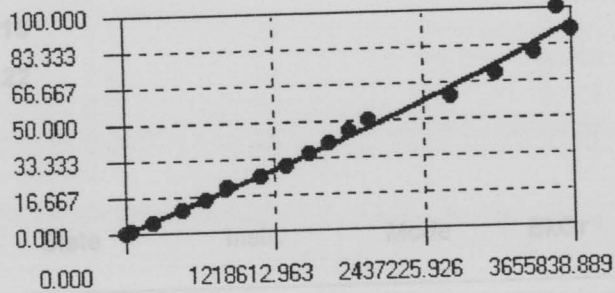
BEC : 303 ppb

LOD : ***

Correl. : 0.9945

Weight: not used

Concentration



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	127.78	0	0.306 ppm		Yes
2.	P.Zn 0.1	4483.33	0.1	0.403 ppm	303.0	Yes
3.	P.Zn 1	48438.89	1	1.39 ppm	38.69	Yes
4.	P.Zn 10	469411.11	10	10.83 ppm	8.32	Yes
5.	P.Zn 100	3544472.2	100	89.68 ppm	10.32	Yes
6.	P.Zn 15	653355.56	15	14.99 ppm	0.074	Yes
7.	P.Zn 20	829805.56	20	19.00 ppm	4.98	Yes
8.	P.Zn 25	1112883.3	25	25.52 ppm	2.09	Yes
9.	P.Zn 30	1312311.1	30	30.18 ppm	0.62	Yes
10.	P.Zn 35	1500494.4	35	34.65 ppm	1.00	Yes
11.	P.Zn 40	1671727.7	40	38.77 ppm	3.07	Yes
12.	P.Zn 45	1833227.7	45	42.72 ppm	5.06	Yes
13.	P.Zn 5	217061.11	5	5.16 ppm	3.26	Yes
14.	P.Zn 50	1995105.5	50	46.75 ppm	6.50	Yes
15.	P.Zn 60	2669483.3	60	64.34 ppm	7.24	Yes
16.	P.Zn 70	3023566.6	70	74.21 ppm	6.02	Yes
17.	P.Zn 80	3358488.8	80	84.02 ppm	5.03	Yes
18.	P.Zn 90	3655838.8	90	93.15 ppm	3.50	Yes

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal mode
1. Zn	213.858	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Zn	334.502	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Zn	208.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Zn	202.551	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical method: M.calibração do Zn 2

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 19-01-2001 12:15

Last modification: 19-01-2001 16:22

Lines

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Zn	213.856	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Zn	334.502	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Zn	206.200	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Zn	202.551	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Zn	213.856	0.00	1000.00	ppm	Mono
2. Zn	334.502	0.00	1000.00	ppm	Mono
3. Zn	206.200	0.00	1000.00	ppm	Mono
4. Zn	202.551	0.00	1000.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Zn	213.856	Manual	No	420	1	G1
2. Zn	334.502	Manual	No	570	10	G1
3. Zn	206.200	Manual	No	450	1	G1
4. Zn	202.551	Manual	No	450	1	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Zn	213.856	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
2. Zn	334.502	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
3. Zn	206.200	1	1	2.0	20	15	0.002	Max
4. Zn	202.551	1	1	2.0	20	15	0.002	Max

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Zn	213.856	0.2	25	75	0.003
2. Zn	334.502	0.2	25	75	0.003
3. Zn	206.200	0.2	25	75	0.003
4. Zn	202.551	0.2	25	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int	Int	Small window	Large window	Increment (nm)
				time normal	time fast			
1. Zn	213.856	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
2. Zn	334.502	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
3. Zn	206.200	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002
4. Zn	202.551	Fast	Small	1.0	0.2	41	61	0.002

Parameters of the method

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (10.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	15.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	10.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

	Intensity	Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev.(%)	Valid
5. P.Zn 200	1458183.3	0	0.00 ppm		Yes
6. P.Zn 25	286700.00	100	102.92 ppm	2.92	Yes
7. P.Zn 250	1684083.3	1000	1012.51 ppm	1.25	Yes
8. P.Zn 300	1935122.2	150	163.71 ppm	9.14	Yes
9. P.Zn 350	2173344.4	200	193.23 ppm	3.39	Yes
10. P.Zn 400	2355844.4	25	22.50 ppm	10.00	Yes
11. P.Zn 450	2557444.4	250	241.14 ppm	3.55	Yes
12. P.Zn 50	537211.11	250	209.48 ppm	0.18	Yes
13. P.Zn 500	2547711.1	300	360.18 ppm	2.90	Yes
14. P.Zn 500	2737266.6	400	410.15 ppm	2.54	Yes
15. P.Zn 600	3053277.7	450	489.04 ppm	4.23	Yes
16. P.Zn 600	3219844.4	50	48.47 ppm	3.05	Yes
17. P.Zn 700	3312727.7	500	466.12 ppm	6.78	Yes
		550	524.88 ppm	4.50	Yes
		600	529.67 ppm		
		650	633.71 ppm		
		700	722.74 ppm		



Analytical method

16. P.Zn 750	3444786.6	750	772.49 ppm	3.00	Yes
17. P.Zn 800	301744.4	800	833.71 ppm	4.21	Yes
18. P.Zn 850	289081.1	850	868.87 ppm	2.22	Yes
19. P.Zn 900	105.5	900	767.78 ppm	14.69	Yes
20. P.Zn 950	1000.0	950	827.04 ppm	2.42	Yes

Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

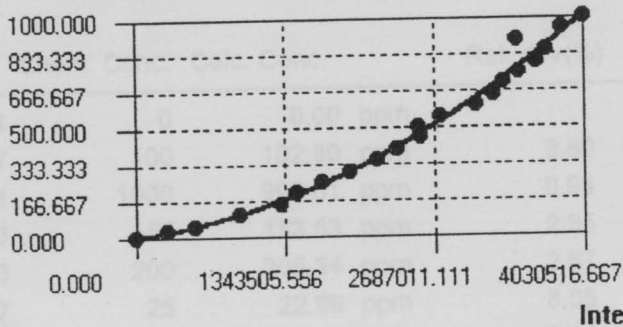
Line: Zn, 213.856 nm

Calibr. curve: $C = -0.14 + 0.0000658 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

Sigma : 37.825
BEC : 140 ppb
LOD : ***
Correl. : 0.99397
Weight: not used

Concentration



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev.(%)	Valid
1.	Branco	888.89	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 100	943750.00	100	102.92 ppm	2.92	Yes
3.	P.Zn 1000	4030516.6	1000	1012.51 ppm	1.25	Yes
4.	P.Zn 150	1303133.3	150	163.71 ppm	9.14	Yes
5.	P.Zn 200	1456183.3	200	193.21 ppm	3.39	Yes
6.	P.Zn 25	286700.00	25	22.50 ppm	10.00	Yes
7.	P.Zn 250	1684083.3	250	241.14 ppm	3.55	Yes
8.	P.Zn 300	1935122.2	300	299.46 ppm	0.18	Yes
9.	P.Zn 350	2173344.4	350	360.16 ppm	2.90	Yes
10.	p.Zn 400	2355644.4	400	410.15 ppm	2.54	Yes
11.	p.Zn 450	2557444.4	450	469.04 ppm	4.23	Yes
12.	P.Zn 50	537211.11	50	48.47 ppm	3.05	Yes
13.	P.Zn 500	2547711.1	500	466.12 ppm	6.78	Yes
14.	P.Zn 550	2737266.6	550	524.68 ppm	4.60	Yes
15.	P.Zn 600	3053277.7	600	629.67 ppm	4.95	Yes
16.	P.Zn 650	3219844.4	650	688.71 ppm	5.96	Yes
17.	P.Zn 700	3312727.7	700	722.74 ppm	3.25	Yes

Analytical method

18.	P.Zn 750	3444766.6	750	772.49 ppm	3.00	Yes
19.	P.Zn 800	3601744.4	800	833.71 ppm	4.21	Yes
20.	P.Zn 850	3689361.1	850	868.87 ppm	2.22	Yes
21.	P.Zn 900	3432405.5	900	767.76 ppm	14.69	Yes
22.	P.Zn 950	3830600.0	950	927.04 ppm	2.42	Yes

Line: Zn, 334.502 nm**Calibr. curve:** $C = -4.44 + 0.00224 * X$ Parameters of curve

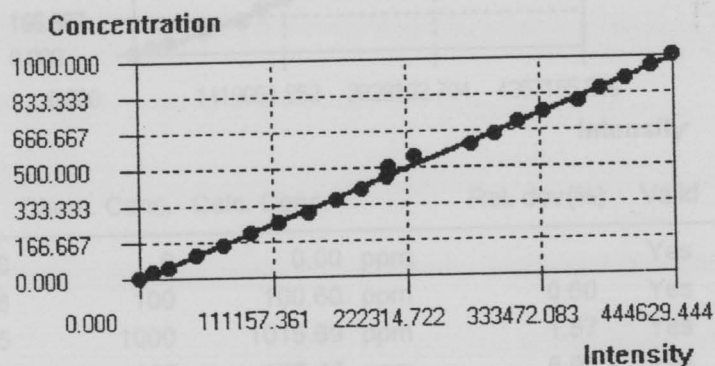
Sigma : 15.466

BEC : 4.44 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99894

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	316.11	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 100	47921.67	100	102.80 ppm	2.80	Yes
3.	P.Zn 1000	444629.44	1000	990.61 ppm	0.94	Yes
4.	P.Zn 150	70588.33	150	153.53 ppm	2.35	Yes
5.	P.Zn 200	93738.33	200	205.34 ppm	2.67	Yes
6.	P.Zn 25	12256.67	25	22.99 ppm	8.05	Yes
7.	P.Zn 250	116084.44	250	255.35 ppm	2.14	Yes
8.	P.Zn 300	139880.56	300	308.60 ppm	2.87	Yes
9.	P.Zn 350	163885.56	350	362.32 ppm	3.52	Yes
10.	p.Zn 400	184652.78	400	408.80 ppm	2.20	Yes
11.	p.Zn 450	206631.67	450	457.99 ppm	1.77	Yes
12.	P.Zn 50	24228.89	50	49.78 ppm	0.44	Yes
13.	P.Zn 500	206792.22	500	458.35 ppm	8.33	Yes
14.	P.Zn 550	229220.00	550	508.54 ppm	7.54	Yes
15.	P.Zn 600	276588.89	600	614.55 ppm	2.42	Yes
16.	P.Zn 650	296608.33	650	659.35 ppm	1.44	Yes
17.	P.Zn 700	314769.44	700	699.99 ppm	0.001	Yes
18.	P.Zn 750	336073.89	750	747.67 ppm	0.31	Yes
19.	P.Zn 800	365685.00	800	813.94 ppm	1.74	Yes
20.	P.Zn 850	384323.33	850	855.65 ppm	0.66	Yes
21.	P.Zn 900	405485.00	900	903.01 ppm	0.33	Yes
22.	P.Zn 950	426297.78	950	949.58 ppm	0.044	Yes

Analytical method

Line: Zn, 206.200 nmCalibr. curve: $C = -3.13 + 0.000136 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

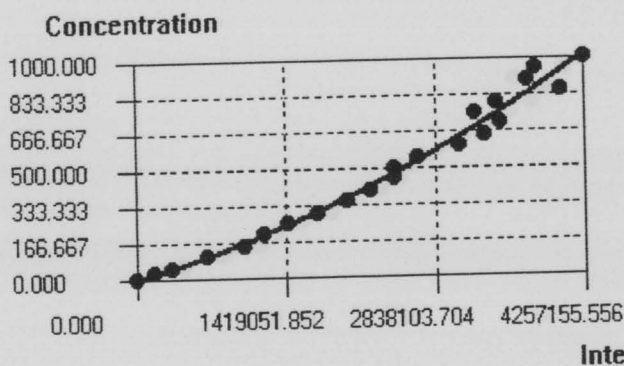
Sigma : 46.67

BEC : 3.13 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.9908

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	500.00	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 100	680105.56	100	100.60 ppm	0.60	Yes
3.	P.Zn 1000	4257155.5	1000	1015.69 ppm	1.57	Yes
4.	P.Zn 150	1017911.1	150	160.46 ppm	6.98	Yes
5.	P.Zn 200	1205800.0	200	196.16 ppm	1.92	Yes
6.	P.Zn 25	171711.11	25	20.94 ppm	16.23	Yes
7.	P.Zn 250	1444366.6	250	243.95 ppm	2.42	Yes
8.	P.Zn 300	1723633.3	300	303.40 ppm	1.13	Yes
9.	P.Zn 350	1998677.7	350	365.65 ppm	4.47	Yes
10.	p.Zn 400	2227533.3	400	420.25 ppm	5.06	Yes
11.	p.Zn 450	2437100.0	450	472.48 ppm	4.99	Yes
12.	P.Zn 50	345083.33	50	46.70 ppm	6.61	Yes
13.	P.Zn 500	2450816.6	500	475.97 ppm	4.81	Yes
14.	P.Zn 550	2661333.3	550	530.72 ppm	3.51	Yes
15.	P.Zn 600	3069094.4	600	642.88 ppm	7.15	Yes
16.	P.Zn 650	3308938.8	650	712.62 ppm	9.63	Yes
17.	P.Zn 700	3460472.2	700	758.13 ppm	8.30	Yes
18.	P.Zn 750	3216077.7	750	685.29 ppm	8.63	Yes
19.	P.Zn 800	3408777.7	800	742.48 ppm	7.19	Yes
20.	P.Zn 850	4026044.4	850	937.80 ppm	10.33	Yes
21.	P.Zn 900	3716350.0	900	837.49 ppm	6.95	Yes
22.	P.Zn 950	3782133.3	950	858.41 ppm	9.64	Yes

Analytical method

Line: Zn, 202.551 nm

Calibr. curve: $C = -5.65 + 0.000114 * X + 0 * X^2$

Parameters of curve

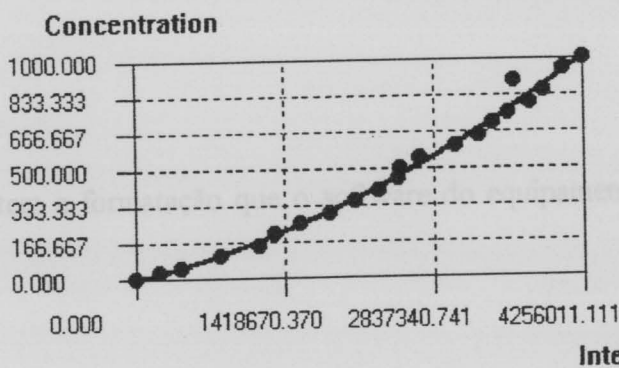
Sigma : 33.556

BEC : 5.65 ppm

LOD : ***

Correl. : 0.99525

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	761.11	0	0.00 ppm		Yes
2.	P.Zn 100	809738.89	100	105.95 ppm	5.95	Yes
3.	P.Zn 1000	4256011.1	1000	1007.96 ppm	0.80	Yes
4.	P.Zn 150	1176527.7	150	169.07 ppm	12.71	Yes
5.	P.Zn 200	1319794.4	200	195.85 ppm	2.08	Yes
6.	P.Zn 25	219477.78	25	20.83 ppm	16.68	Yes
7.	P.Zn 250	1569388.8	250	245.36 ppm	1.86	Yes
8.	P.Zn 300	1853433.3	300	306.11 ppm	2.04	Yes
9.	P.Zn 350	2086344.4	350	359.44 ppm	2.70	Yes
10.	p.Zn 400	2305550.0	400	412.51 ppm	3.13	Yes
11.	p.Zn 450	2503888.8	450	462.94 ppm	2.88	Yes
12.	P.Zn 50	425005.56	50	48.17 ppm	3.66	Yes
13.	P.Zn 500	2511561.1	500	464.94 ppm	7.01	Yes
14.	P.Zn 550	2703027.7	550	515.88 ppm	6.20	Yes
15.	P.Zn 600	3051511.1	600	614.08 ppm	2.35	Yes
16.	P.Zn 650	3274655.5	650	680.68 ppm	4.72	Yes
17.	P.Zn 700	3397733.3	700	718.65 ppm	2.66	Yes
18.	P.Zn 750	3551733.3	750	767.40 ppm	2.32	Yes
19.	P.Zn 800	3746177.7	800	830.93 ppm	3.87	Yes
20.	P.Zn 850	3885516.6	850	877.81 ppm	3.27	Yes
21.	P.Zn 900	3605611.1	900	784.78 ppm	12.80	Yes
22.	P.Zn 950	4068877.7	950	941.22 ppm	0.92	Yes

Apêndice III – Métodos Analytical method

Analytical method: M.(Chapa, Solda)

Metod:

- Métodos que foi possível elaborar, dada a falta de padrões.

Author: paula

Creation: 21-02-2001 11:27

Last modification: 26-02-2001 16:12

Nota:

A apresentação deste apêndice, tem a formatação que o software do equipamento atribui a um relatório.

NN Name	WLength (nm)	Store	Inst.	Mode	StGr	Internal
1. Ag	328.068	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Sb	206.833	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5. Sn	189.969	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Ag	328.068	0.00	5.00	ppm	Mono
2. Cu	324.754	0.00	5.00	ppm	Mono
3. Pb	220.353	0.00	5.00	ppm	Mono
4. Sb	206.833	0.00	5.00	ppm	Mono
5. Sn	189.969	0.00	1.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coefing
1. Ag	328.068	Manual	No	550	100	G1
2. Cu	324.754	Manual	No	600	10	G1
3. Pb	220.353	Manual	No	650	100	G1
4. Sb	206.833	Manual	No	650	100	G1
5. Sn	189.969	Manual	No	650	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	G. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Acq. mode
---------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	-----------

Analytical methodAnalytical method: M.(Chapa, Solda)Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 21-02-2001 11:27Last modification: 26-02-2001 16:12**Lines**

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Ag	328.068	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2. Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3. Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4. Sb	206.833	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
5. Sn	189.989	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Ag	328.068	0.00	5.00	ppm	Mono
2. Cu	324.754	0.00	5.00	ppm	Mono
3. Pb	220.353	0.00	5.00	ppm	Mono
4. Sb	206.833	0.00	5.00	ppm	Mono
5. Sn	189.989	0.00	1.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Ag	328.068	Manual	No	550	100	G1
2. Cu	324.754	Manual	No	600	10	G1
3. Pb	220.353	Manual	No	850	100	G1
4. Sb	206.833	Manual	No	850	100	G1
5. Sn	189.989	Manual	No	850	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
---------	---------	-----------	-----------	-----------------	------------	-----------	------------	------------

Analytical method

1. Ag	328.068	7	3	0.1	20	15	0.003 Gauss
2. Cu	324.754	7	3	0.1	20	15	0.003 Gauss
3. Pb	220.353	7	3	0.2	20	15	0.002 Gauss
4. Sb	206.833	7	3	0.2	20	15	0.002 Gauss
5. Sn	189.989	7	3	0.2	20	15	0.002 Gauss

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

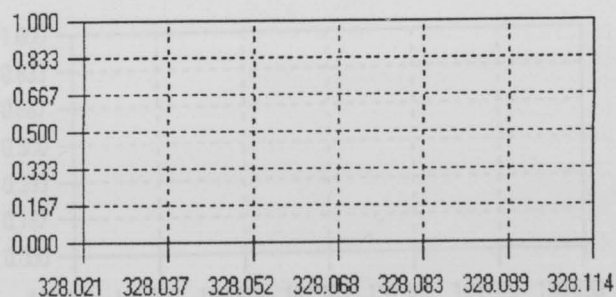
NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Ag	328.068	0.1	15	51	0.002
2. Cu	324.754	0.1	15	51	0.002
3. Pb	220.353	0.1	15	51	0.002
4. Sb	206.833	0.1	15	51	0.002
5. Sn	189.989	0.1	15	51	0.002

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Ag	328.068	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
2. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
3. Pb	220.353	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
4. Sb	206.833	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
5. Sn	189.989	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003

Analytical lines of the method (Background)Line: Ag, 328.068 nmBackground correction: **Manual**Left position: **0.0283 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 0.1 s**

Analytical method

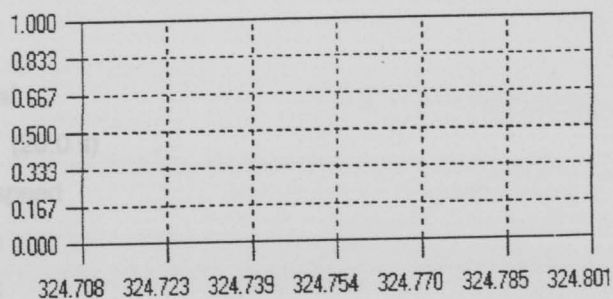
Line: Cu, 324.754 nm

Background correction: **Manual**

Left position:

Right position: **0.028 nm**

Integration time: **Fixed 0.1 s**



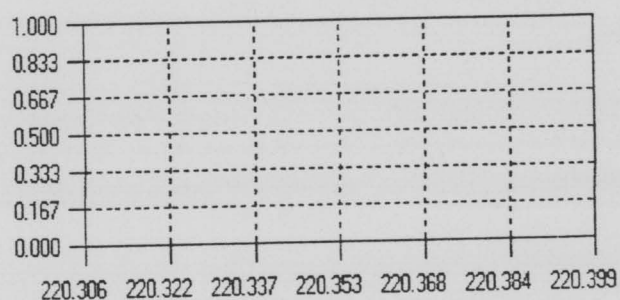
Line: Pb, 220.353 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0151 nm**

Right position: **0.0253 nm**

Integration time: **Fixed 0.2 s**



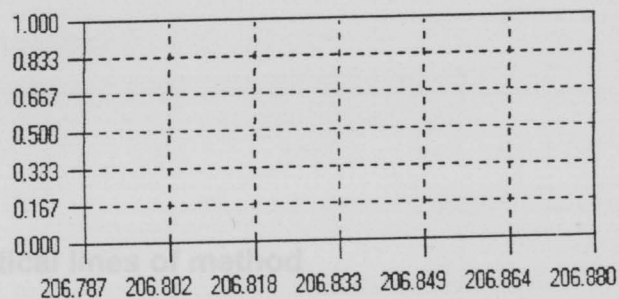
Line: Sb, 206.833 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0244 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 0.2 s**



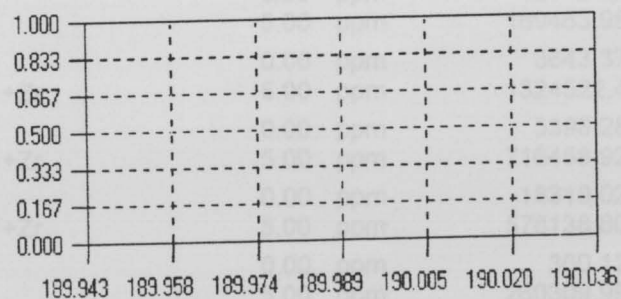
Line: Sn, 189.989 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0221 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 0.2 s**



Analytical method**Parameters of the method**

<u>Analysis mode:</u>	Normal
<u>Rinsing time:</u>	Fixed (20.0 s)
<u>Rinsing pump speed:</u>	High speed
<u>Transfer time:</u>	20.0 s
<u>Stabilisation time:</u>	20.0 s
<u>Transfer pump speed:</u>	High speed
<u>Delay of synchronization:</u>	0.0 s
<u>Stop of pump during replacement:</u>	No

Plasma parameters

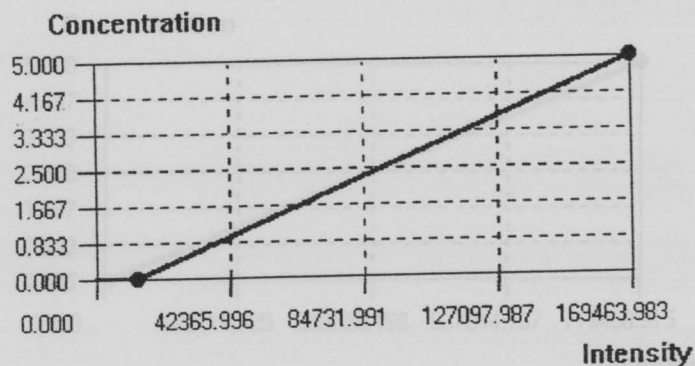
<u>Power:</u>	1100
<u>Normal speed of pump:</u>	20
<u>Plasma gas flowrate:</u>	PL1
<u>Coating gas flowrate:</u>	G1
<u>Auxiliary flowrate:</u>	0.0
<u>Nebulisation flowrate:</u>	0.7
<u>Nebulisation pressure:</u>	2.98 bar
<u>Use argon humidificator:</u>	No

Calibration standards of analytical lines of method

Line	WLenght (nm)	NN	Calibr. Standard	Concentr.	Intensity
Ag	328.068	1.	std0	0.00 ppm	12942.21
		2.	StdQC7	5.00 ppm	169463.98
Cu	324.754	1.	std0	0.00 ppm	3643.37
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	1324522.4
Pb	220.353	1.	std0	0.00 ppm	5398.28
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	716458.92
Sb	206.833	1.	std0	0.00 ppm	18310.02
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	578138.80
Sn	189.989	1.	std0	0.00 ppm	360.12
		2.	Stdsn	5.00 ppm	260309.99

Analytical method**Line:** Aq, 328.068 nm**Calibr. curve:** $C = -0.413 + 0.0000319 * X$ Parameters of curve

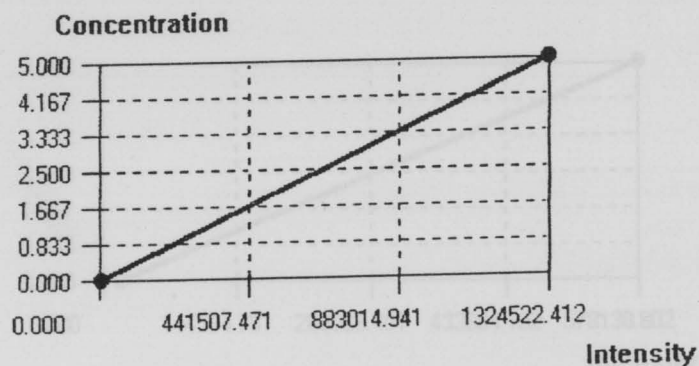
Sigma : 0
BEC : 413 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	12942.21	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQC7	169463.98	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Line: Cu, 324.754 nm**Calibr. curve:** $C = -0.0138 + 0.00000379 * X$ Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 13.8 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	3643.37	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	1324522.4	5	5.00 ppm	0.00	Yes



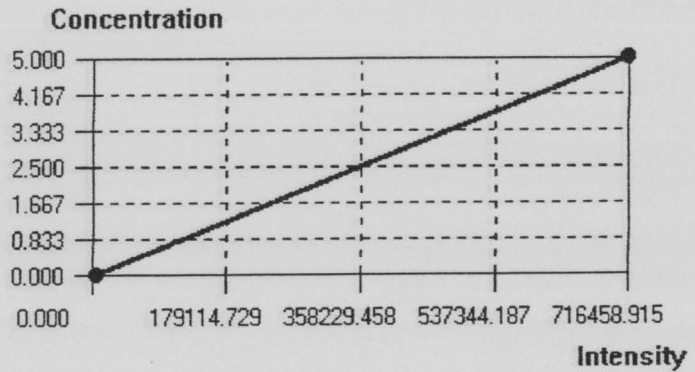
Analytical method

Line: Pb, 220.353 nm

Calibr. curve: $C = -0.038 + 0.00000703 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 38 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



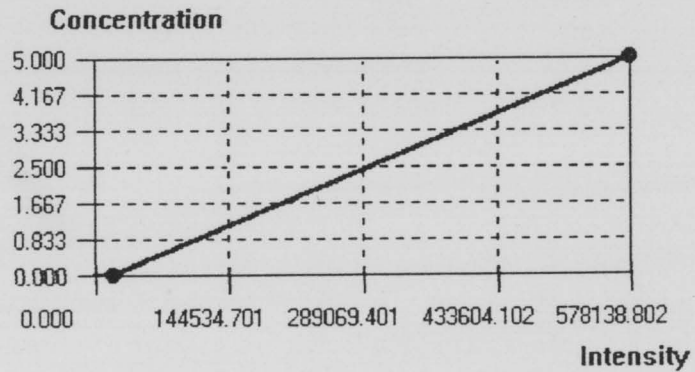
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	5398.28	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	716458.92	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Line: Sb, 206.833 nm

Calibr. curve: $C = -0.164 + 0.00000893 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 164 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	18310.02	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	578138.80	5	5.00 ppm	0.00	Yes

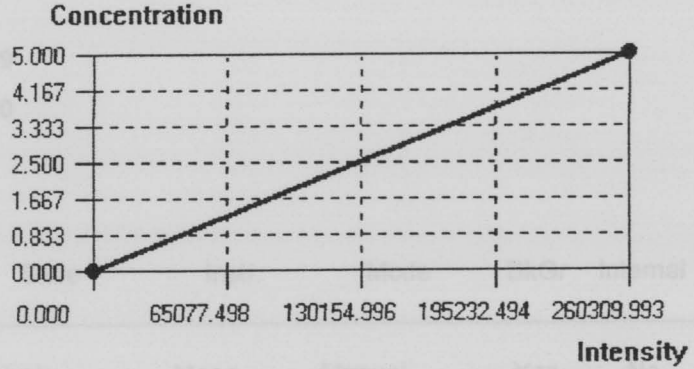
Analytical method

Line: method **Sn, 189.989 nm** (SV1700)

Calibr. curve: $C = -0.00693 + 0.0000192 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 6.93 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	360.12	0	0.00 ppm	Yes	Yes
2.	Stdsn	260309.99	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Cu	324.754	0.00	5.00	ppm	Mono
2. Pb	220.353	0.00	5.00	ppm	Mono
3. Sb	206.833	0.00	5.00	ppm	Mono
4. Sn	189.989	0.00	5.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Cu	324.754	Manual	No	600	10	G1
2. Pb	220.353	Manual	No	650	100	G1
3. Sb	206.833	Manual	No	550	100	G1
4. Sn	189.989	Manual	No	650	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M points	C points	Int. time (sec)	Entr slit	Exit slit	Incr (nm)	Anal. mode
1. Cu	324.754	7	3	0.1	20	15	0.003	Gauss
2. Pb	220.353	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss
3. Sb	206.833	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss
4. Sn	189.989	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical method: M.1(K,PDornes;SBV1700)

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 23-02-2001 16:19

Last modification: 06-03-2001 15:20

Lines

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
2.	Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
3.	Sb	206.833	Analysis	Mono	Manual	Yes	No
4.	Sn	189.989	Analysis	Mono	Manual	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Cu	324.754	0.00	5.00	ppm	Mono
2.	Pb	220.353	0.00	5.00	ppm	Mono
3.	Sb	206.833	0.00	5.00	ppm	Mono
4.	Sn	189.989	0.00	5.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Cu	324.754	Manual	No	600	10	G1
2.	Pb	220.353	Manual	No	850	100	G1
3.	Sb	206.833	Manual	No	850	100	G1
4.	Sn	189.989	Manual	No	850	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1.	Cu	324.754	7	3	0.1	20	15	0.003	Gauss
2.	Pb	220.353	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss
3.	Sb	206.833	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss
4.	Sn	189.989	7	3	0.2	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	324.754	0.1	15	51	0.002
2. Pb	220.353	0.1	15	51	0.002
3. Sb	206.833	0.1	15	51	0.002
4. Sn	189.989	0.1	15	51	0.002

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
2. Pb	220.353	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
3. Sb	206.833	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003
4. Sn	189.989	Fast	Small	1.0	0.2	31	51	0.003

Analytical lines of the method (Background)

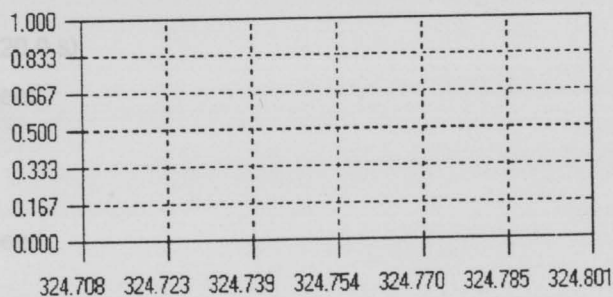
Line: Cu, 324.754 nm

Background correction: **Manual**

Left position:

Right position: **0.028 nm**

Integration time: **Fixed 0.1 s**



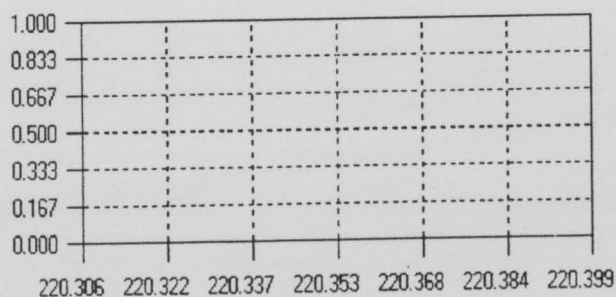
Line: Pb, 220.353 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0151 nm**

Right position: **0.0253 nm**

Integration time: **Fixed 0.2 s**



Analytical method

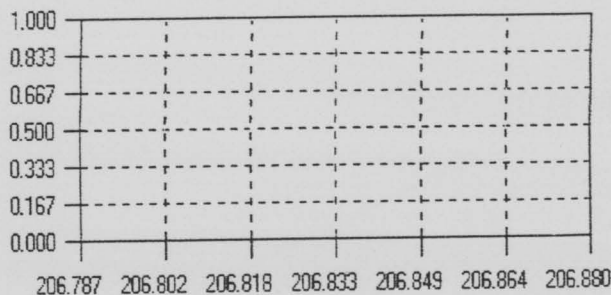
Line: **Sb, 206.833 nm**

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0244 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 0.2 s**



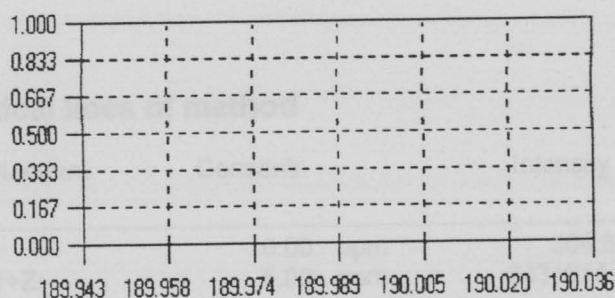
Line: **Sn, 189.989 nm**

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0221 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 0.2 s**



Parameters of the method

- Analysis mode: Normal
- Rinsing time: Fixed (20.0 s)
- Rinsing pump speed: High speed
- Transfer time: 20.0 s
- Stabilisation time: 20.0 s
- Transfer pump speed: High speed
- Delay of synchronization: 0.0 s
- Stop of pump during replacement: No

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev.(%)	Valid
1	330	364.21	0	0.00 ppm		Yes
2	SnQc21+2r	2431915.1	5	5.00 ppm	0.30	Yes

Analytical method

Plasma parameters

Power: 1100
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.7
Nebulisation pressure: 2.98 bar
Use argon humidificator: No

Calibration standards of analytical lines of method

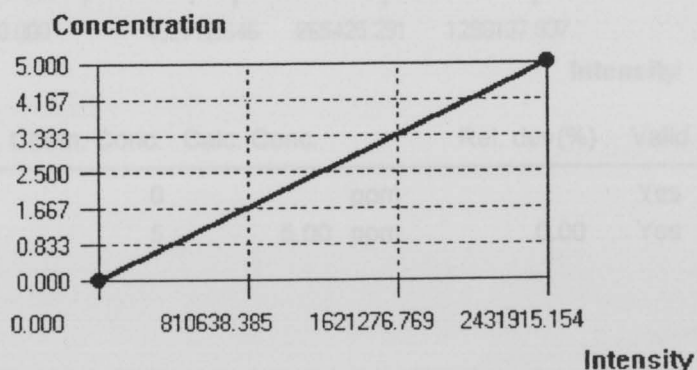
Line	WLenght (nm)	NN	Calibr. Standard	Concentr.	Intensity
Cu	324.754	1.	std0	0.00 ppm	304.81
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	2431915.1
Pb	220.353	1.	std0	0.00 ppm	275.74
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	1512504.9
Sb	206.833	1.	std0	0.00 ppm	
		2.	StdQc21+Zr	5.00 ppm	1298137.9
Sn	189.989	1.	std0	0.00 ppm	
		2.	Stdsn	5.00 ppm	14019.75

Line: **Cu, 324.754 nm**

Calibr. curve: $C = -0.000627 + 0.00000206 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 0.627 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	304.81	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	2431915.1	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Analytical method**Line:** Pb, 220.353 nm**Calibr. curve:** $C = -0.000912 + 0.00000331 * X$ Parameters of curve

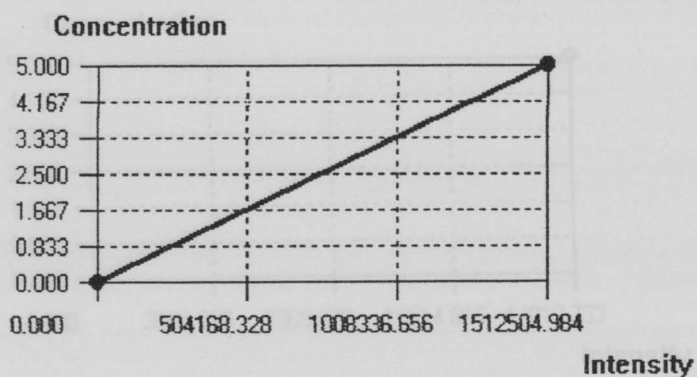
Sigma : 0

BEC : 0.912 ppb

LOD : ***

Correl. : 1

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0	275.74	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	1512504.9	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Line: Sb, 206.833 nm**Calibr. curve:** $C = 0.000462 + 0.00000385 * X$ Parameters of curve

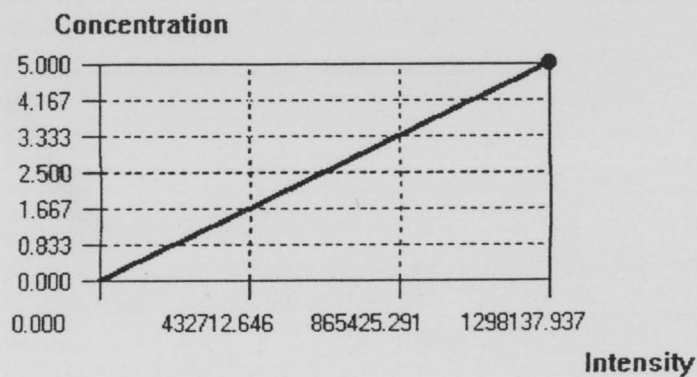
Sigma : 0

BEC : 0.462 ppb

LOD : ***

Correl. : 1

Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0		0	ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	1298137.9	5	5.00 ppm	0.00	Yes

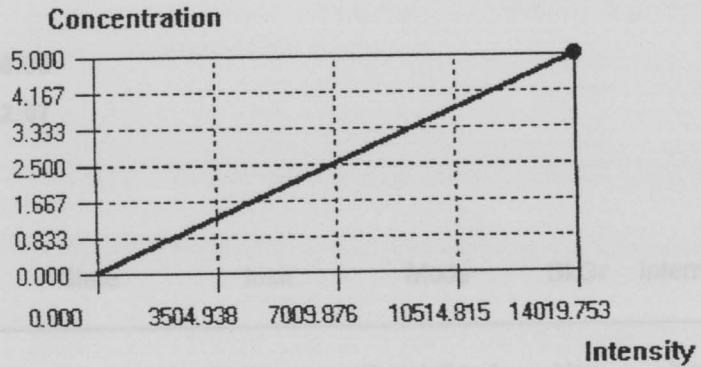
Analytical method

Line: Sn, 189.989 nm

Calibr. curve: $C = 0.0244 + 0.000355 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 24.4 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	std0		0	ppm		Yes
2.	Stdsn	14019.75	5	5.00 ppm	0.00	Yes

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLenght (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Cu	324.754	0.00	10.00	ppm	Mono
2. Pb	283.306	0.00	10.00	ppm	Mono
3. Sb	217.581	0.00	10.00	ppm	Mono
4. Sn	189.989	0.00	10.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLenght	Acq. mode	Pre-scan	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Cu	324.754	Pre-defined	No	600	1	G1
2. Pb	283.306	Pre-defined	No	710	100	G1
3. Sb	217.581	Pre-Defined	No	560	100	G1
4. Sn	189.989	Pre-defined	No	700	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLenght	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Cu	324.754	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
2. Pb	283.306	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
3. Sb	217.581	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
4. Sn	189.989	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical method: M.2(K,PDornes,SBV 1700)

Matrix:

Source type: ICP

Author: paula

Creation: 23-02-2001 16:05

Last modification: 07-03-2001 12:07

Lines

NN Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1. Cu	324.754	Analysis	Mono	Pre-defined	Yes	No
2. Pb	283.306	Analysis	Mono	Pre-defined	Yes	No
3. Sb	217.581	Analysis	Mono	Pre-defined	Yes	No
4. Sn	189.989	Analysis	Mono	Pre-defined	Yes	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1. Cu	324.754	0.00	10.00	ppm	Mono
2. Pb	283.306	0.00	10.00	ppm	Mono
3. Sb	217.581	0.00	10.00	ppm	Mono
4. Sn	189.989	0.00	10.00	ppm	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1. Cu	324.754	Pre-defined	No	680	1	G1
2. Pb	283.306	Pre-defined	No	710	100	G1
3. Sb	217.581	Pre-defined	No	560	100	G1
4. Sn	189.989	Pre-defined	No	700	100	G1

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Cu	324.754	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
2. Pb	283.306	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
3. Sb	217.581	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss
4. Sn	189.989	11	7	1.0	20	15	0.002	Gauss

Analytical method

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	324.754	0.2	15	51	0.003
2. Pb	283.306	0.2	15	51	0.003
3. Sb	217.581	0.2	15	51	0.003
4. Sn	189.989	0.2	15	51	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
2. Pb	283.306	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
3. Sb	217.581	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002
4. Sn	189.989	Fast	Small	1.0	0.2	25	51	0.002

Analytical lines of the method (Background)

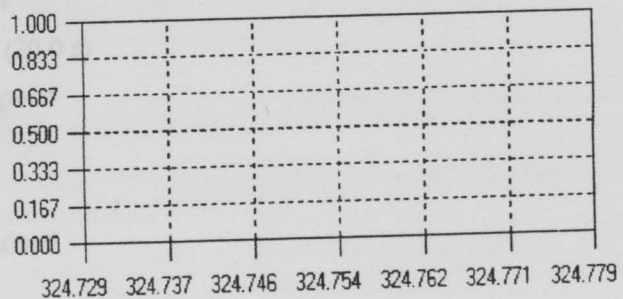
Line: Cu, 324.754 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0211 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 1.0 s**



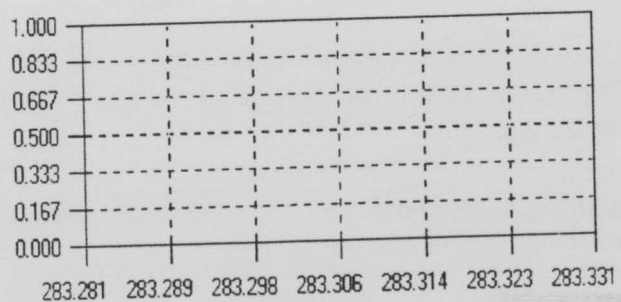
Line: Pb, 283.306 nm

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0207 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 1.0 s**



Analytical method

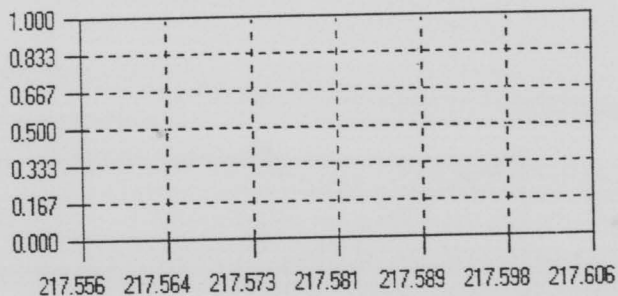
Line: **Sb, 217.581 nm**

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0249 nm**

Right position:

Integration time: **Fixed 1.0 s**



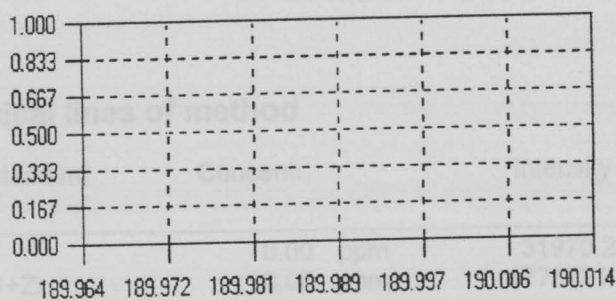
Line: **Sn, 189.989 nm**

Background correction: **Manual**

Left position: **0.0204 nm**

Right position:

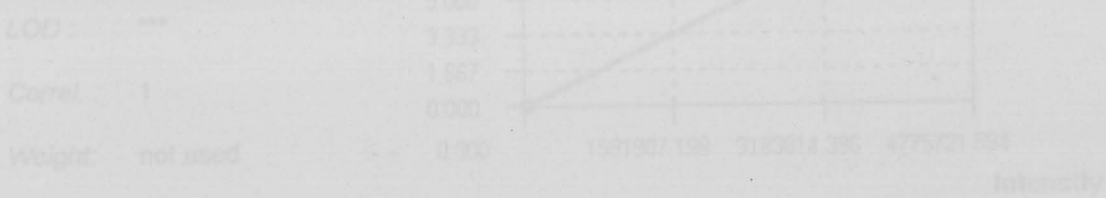
Integration time: **Fixed 1.0 s**



Element	Wavelength (nm)	Conc. (ppm)	Intensity
Pb	283.305	0.00	788.72
		10.00	42977.45
Sb	217.581	0.00	888.60
		10.00	41781.83
Sn		0.00	488.30
		10.00	49423.44

Parameters of the method

- Analysis mode: Normal
- Rinsing time: Fixed (20.0 s)
- Rinsing pump speed: High speed
- Transfer time: 20.0 s
- Stabilisation time: 20.0 s
- Transfer pump speed: High speed
- Delay of synchronization: 0.0 s
- Stop of pump during replacement: No



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev.(%)	Valid
1	Std 0	31970.26	0	0.00 ppm	0.00	Yes
2	Std Qc21+Zr	4775721.5	10	10.00 ppm	0.00	Yes

Analytical method

Plasma parameters

Power: 1200
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL2
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 3.5 bar
Use argon humidificator: No

Calibration standards of analytical lines of method

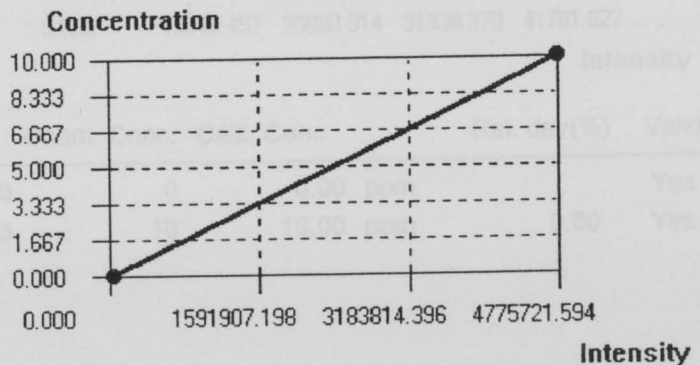
Line	WLenght (nm)	NN	Calibr. Standard	Concentr.	Intensity
Cu	324.754	1.	Std 0	0.00 ppm	31970.26
			StdQc21+Zr	10.00 ppm	4775721.5
Pb	283.306	1.	Std 0	0.00 ppm	799.72
			StdQc21+Zr	10.00 ppm	42977.45
Sb	217.581	1.	Std 0	0.00 ppm	893.60
			StdQc21+Zr	10.00 ppm	41781.83
Sn	189.989	1.	Std 0	0.00 ppm	489.30
			Std Sn	10.00 ppm	49423.44

Line: **Cu, 324.754 nm**

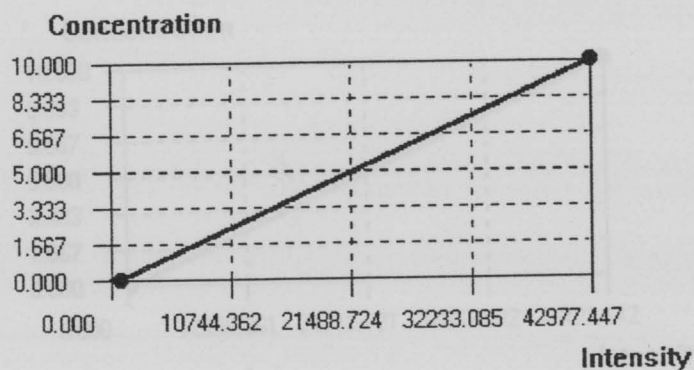
Calibr. curve: $C = -0.0674 + 0.00000211 * X$

Parameters of curve

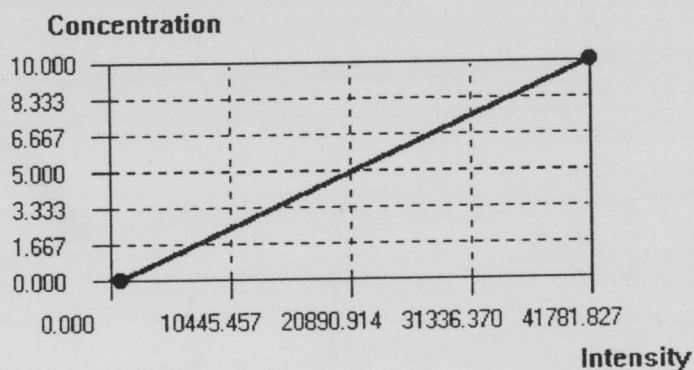
Sigma : 0
BEC : 67.4 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Std 0	31970.26	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	4775721.5	10	10.00 ppm	0.00	Yes

Analytical method**Line:** Pb, 283.306 nm**Calibr. curve:** $C = -0.19 + 0.000237 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 0**BEC :** 190 ppb**LOD :** *****Correl. :** 1**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Std 0	799.72	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	42977.45	10	10.00 ppm	0.00	Yes

Line: Sb, 217.581 nm**Calibr. curve:** $C = -0.219 + 0.000245 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 0**BEC :** 219 ppb**LOD :** *****Correl. :** 1**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Std 0	893.60	0	0.00 ppm		Yes
2.	StdQc21+Zr	41781.83	10	10.00 ppm	0.00	Yes

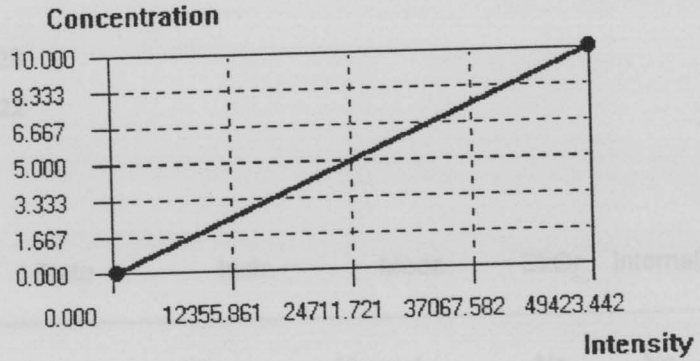
Analytical method

Line: Sn, 189.989 nm

Calibr. curve: $C = -0.1 + 0.000204 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 100 ppb
LOD : ***
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Std 0	489.30	0	0.00 ppm	0.00	Yes
2.	Std Sn	49423.44	10	10.00 ppm	0.00	Yes

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. High	Conc. unit	Instrument
1. Al	306.152	0.00	5.00	mg/l	Auto
2. As	193.885	0.00	5.00	mg/l	Auto
3. Co	228.816	0.00	5.00	mg/l	Auto
4. Cr	267.718	0.00	5.00	mg/l	Auto
5. Cu	324.754	0.00	5.00	mg/l	Auto
6. K	766.490	0.00	5.00	mg/l	Auto
7. Na	589.592	0.00	5.00	mg/l	Auto
8. Pb	220.353	0.00	5.00	mg/l	Auto

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan	High vol.	Gain of PM	Coating
1. Al	306.152	Manual	No	540	10	G1
2. As	193.885	Manual	No	590	100	G1
3. Co	228.816	Manual	No	550	10	G1
4. Cr	267.718	Manual	No	660	10	G1
5. Cu	324.754	Manual	No	580	10	G1
6. K	766.490	Manual	No	930	100	G1
7. Na	589.592	Manual	No	550	100	G1
8. Pb	220.353	Manual	No	530	100	G1

Analytical methodAnalytical method: M.QC38Matrix:Source type: ICPAuthor: paulaCreation: 24-10-2000 14:20Last modification: 24-10-2000 15:22**Lines**

NN	Name	WLength (nm)	State	Instr.	Mode	BkGr	Internal
1.	Al	396.152	Analysis	Mono	Manual	No	No
2.	As	193.695	Analysis	Mono	Manual	No	No
3.	Co	228.616	Analysis	Mono	Manual	No	No
4.	Cr	267.716	Analysis	Mono	Manual	No	No
5.	Cu	324.754	Analysis	Mono	Manual	No	No
6.	K	766.490	Analysis	Mono	Manual	No	No
7.	Na	589.592	Analysis	Mono	Manual	No	No
8.	Pb	220.353	Analysis	Mono	Manual	No	No

Analytical lines of the method (Concentration range)

NN	Name	WLength (nm)	Conc. low	Conc. high	Conc. unit	Instrument
1.	Al	396.152	0.00	5.00	mg/l	Mono
2.	As	193.695	0.00	5.00	mg/l	Mono
3.	Co	228.616	0.00	5.00	mg/l	Mono
4.	Cr	267.716	0.00	5.00	mg/l	Mono
5.	Cu	324.754	0.00	5.00	mg/l	Mono
6.	K	766.490	0.00	5.00	mg/l	Mono
7.	Na	589.592	0.00	5.00	mg/l	Mono
8.	Pb	220.353	0.00	5.00	mg/l	Mono

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN	Name	WLength	Acq. mode	Pre-scan.	High volt.	Gain of PM	Coating
1.	Al	396.152	Manual	No	640	10	G1
2.	As	193.695	Manual	No	690	100	G1
3.	Co	228.616	Manual	No	650	10	G1
4.	Cr	267.716	Manual	No	660	10	G1
5.	Cu	324.754	Manual	No	560	10	G1
6.	K	766.490	Manual	No	930	100	G1
7.	Na	589.592	Manual	No	550	100	G1
8.	Pb	220.353	Manual	No	630	100	G1

Analytical method

Analytical lines of the method (Acquisition parameters)

NN Name	WLength	M. points	C. points	Int. time (sec)	Entr. slit	Exit slit	Incr. (nm)	Anal. mode
1. Al	396.152	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
2. As	193.695	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
3. Co	228.616	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
4. Cr	267.716	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
5. Cu	324.754	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
6. K	766.490	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
7. Na	589.592	1	1	8.0	20	15	0.002	Max
8. Pb	220.353	1	1	8.0	20	15	0.002	Max

Analytical lines of the method (Peak search parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time (sec)	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Al	396.152	0.2	15	75	0.003
2. As	193.695	0.2	15	75	0.003
3. Co	228.616	0.2	15	75	0.003
4. Cr	267.716	0.2	15	75	0.003
5. Cu	324.754	0.2	15	75	0.003
6. K	766.490	0.2	15	75	0.003
7. Na	589.592	0.2	15	75	0.003
8. Pb	220.353	0.2	15	75	0.003

Analytical lines of the method (Profile parameters)

NN Name	WLength (nm)	Int. time	Window	Int time normal	Int time fast	Small window	Large window	Increment (nm)
1. Al	396.152	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
2. As	193.695	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
3. Co	228.616	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
4. Cr	267.716	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
5. Cu	324.754	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
6. K	766.490	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
7. Na	589.592	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002
8. Pb	220.353	Fast	Small	1.0	0.2	41	75	0.002

Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev (%)	Valid
1. Brass	3933.75	0	0.00 mg/l		Yes
2. PQC38	422125.00	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Analytical method

Parameters of the method

Analysis mode: Normal
Rinsing time: Fixed (5.0 s)
Rinsing pump speed: High speed
Transfer time: 15.0 s
Stabilisation time: 10.0 s
Transfer pump speed: High speed
Delay of synchronization: 0.0 s
Stop of pump during replacement: No

Plasma parameters

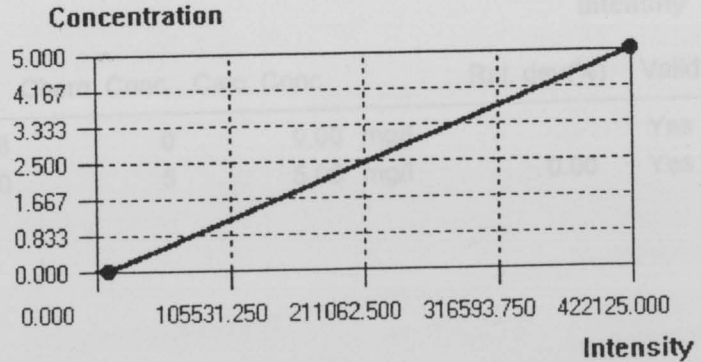
Power: 1000
Normal speed of pump: 20
Plasma gas flowrate: PL1
Coating gas flowrate: G1
Auxiliary flowrate: 0.0
Nebulisation flowrate: 0.02
Nebulisation pressure: 1.0 bar
Use argon humidificator: No

Line: Al, 396.152 nm

Calibr. curve: $C = -0.108 + 0.0000121 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 108 µg/l
LOD : 713 ng/l
Correl. : 1
Weight: not used



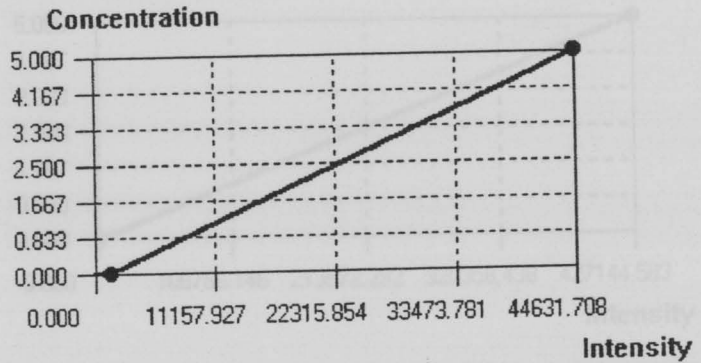
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	8933.75	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	422125.00	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Analytical method

Line: As, 193.695 nm
Calibr. curve: $C = -0.16 + 0.000116 * X$

Parameters of curve

Sigma : 0
BEC : 160 µg/l
LOD : 8.03 µg/l
Correl. : 1
Weight: not used

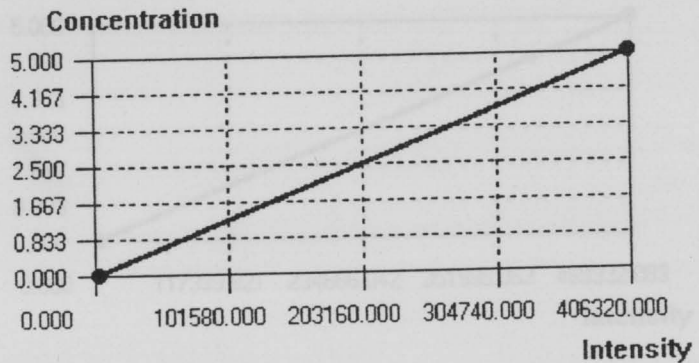


#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	1387.54	0	0.00 mg/l	0.00	Yes
2.	P.QC38	44631.71	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Line: Co, 228.616 nm
Calibr. curve: $C = -0.0288 + 0.0000124 * X$

Parameters of curve

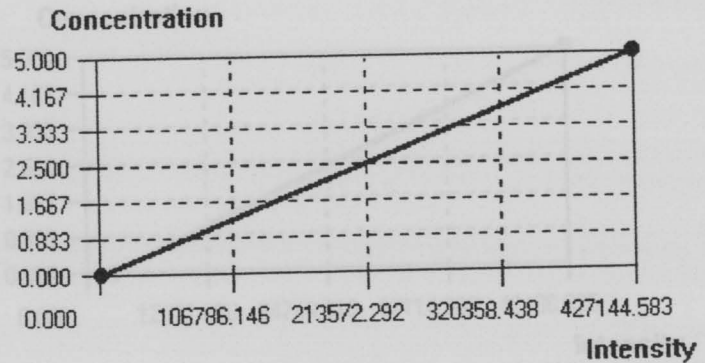
Sigma : 0
BEC : 28.8 µg/l
LOD : 117 ng/l
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	2327.08	0	0.00 mg/l	0.00	Yes
2.	P.QC38	406320.00	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Analytical method**Line:** Cr, 267.716 nm**Calibr. curve:** $C = -0.0241 + 0.0000118 * X$ Parameters of curve

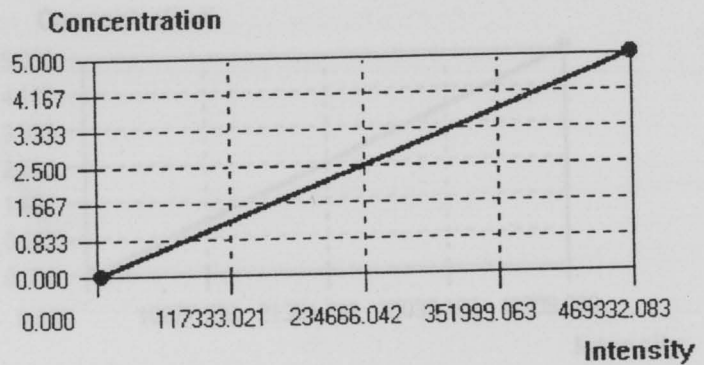
Sigma : 0
BEC : 24.1 µg/l
LOD : 44.1 ng/l
Correl. : 1
Weight: not used



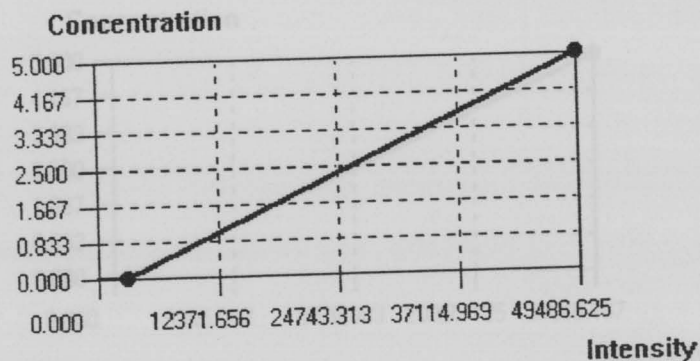
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	2052.50	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	427144.58	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Line: Cu, 324.754 nm**Calibr. curve:** $C = -0.0285 + 0.0000107 * X$ Parameters of curve

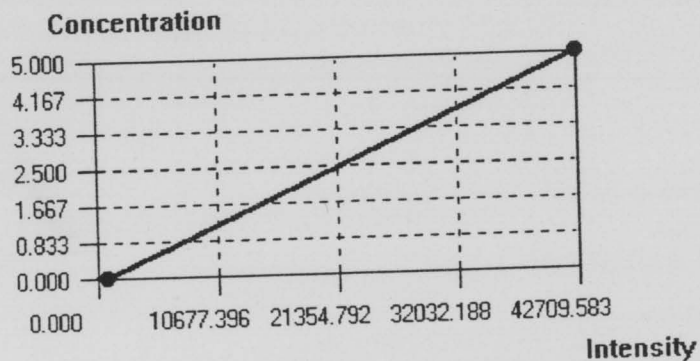
Sigma : 0
BEC : 28.5 µg/l
LOD : 525 ng/l
Correl. : 1
Weight: not used



#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	2662.50	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	469332.08	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Analytical method**Line:** K, 766.490 nm**Calibr. curve:** $C = -0.319 + 0.000107 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 0**BEC :** 319 µg/l**LOD :** 5.62 µg/l**Correl. :** 1**Weight:** not used

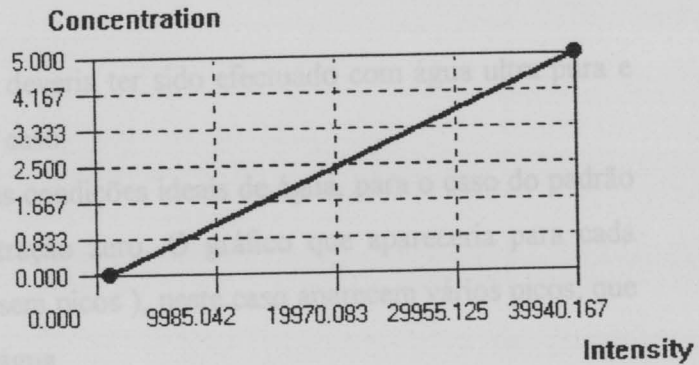
#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	2964.29	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	49486.63	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Line: Na, 589.592 nm**Calibr. curve:** $C = -0.108 + 0.00012 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 0**BEC :** 108 µg/l**LOD :** 299 ng/l**Correl. :** 1**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	901.29	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	42709.58	5	5.00 mg/l	0.00	Yes



Analytical method

Line: Pb, 220.353 nm**Calibr. curve:** $C = -0.157 + 0.000129 * X$ Parameters of curve**Sigma :** 0**BEC :** 157 µg/l**LOD :** 1.97 µg/l**Correl. :** 1**Weight:** not used

#	Sample Name	Intensity	Chem. Conc.	Calc. Conc.	Rel. dev(%)	Valid
1.	Branco	1219.25	0	0.00 mg/l		Yes
2.	P.QC38	39940.17	5	5.00 mg/l	0.00	Yes

Nota:

A apresentação deste apêndice, terá a formatação que o software do equipamento atribui a um relatório.

Apêndice IV – Sequência

Este exemplo de sequência ilustra a forma como os picos por elemento aparecem visualizados no monitor.

Tem que sublinhar-se, que o trabalho deveria ter sido efectuado com água ultra pura e não com água desionizada, como foi o caso.

Se o trabalho tivesse sido realizado nas condições ideais de água, para o caso do padrão Std0, que é o equivalente á concentração zero. O gráfico que apareceria para cada elemento seria uma linha horizontal (sem picos), neste caso aparecem vários picos, que revelam a existência de elementos na água.

Relativamente aos padrões StdQc7 (que só contem Ag), StdQc21+Zr (que contem Cu, Pb e Sb) e StdSn (que só contem Sn), os gráficos são representativos de uma boa selecção de comprimentos de onda, para cada elemento presente na amostra. Pois são picos perfeitos, sem interferências (sem ruído na base) e começam no valor de intensidade igual a zero.

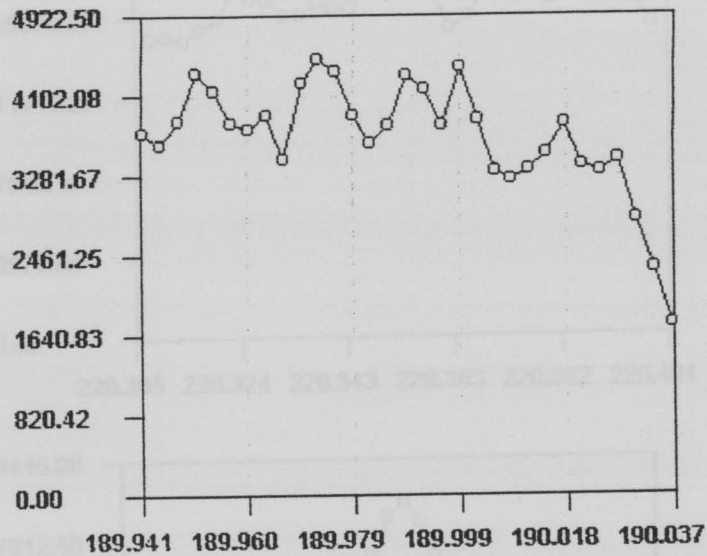
Nota:

A apresentação deste apêndice, tem a formatação que o software do equipamento atribui a um relatório.

Sequence :	S.(Chapa,Solda)	Standard :	Std0
Program name :	M.(Chapa, Solda)	Measured :	26-02-2001 16:04

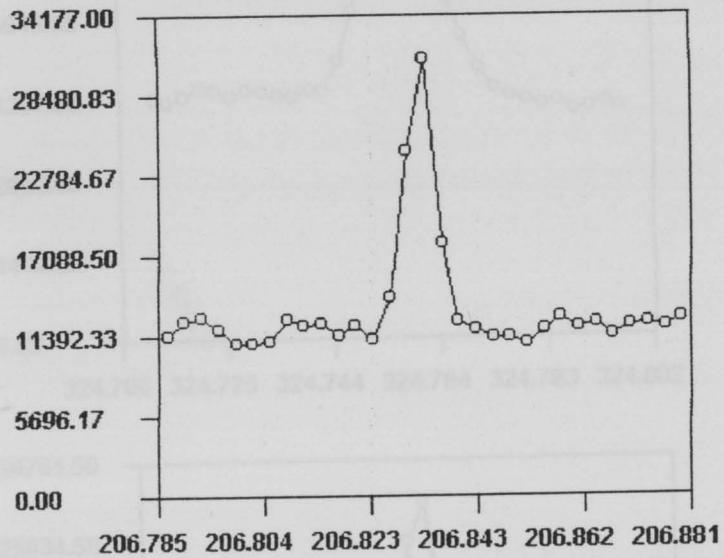
Sn

189.989

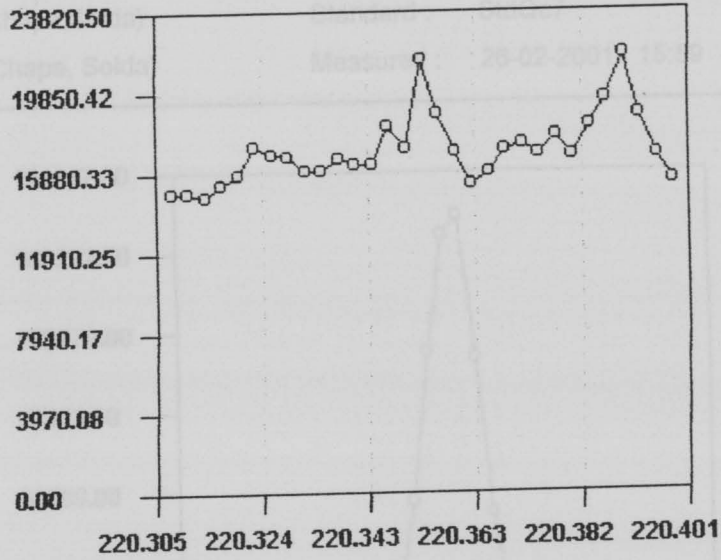


Sb

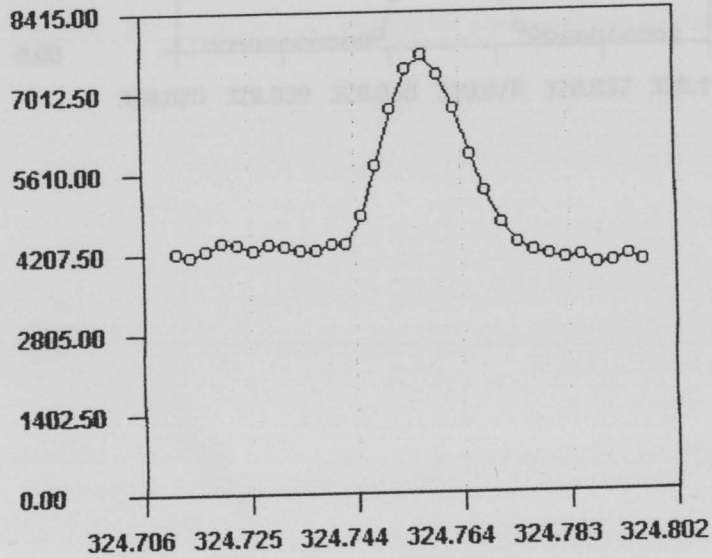
206.833



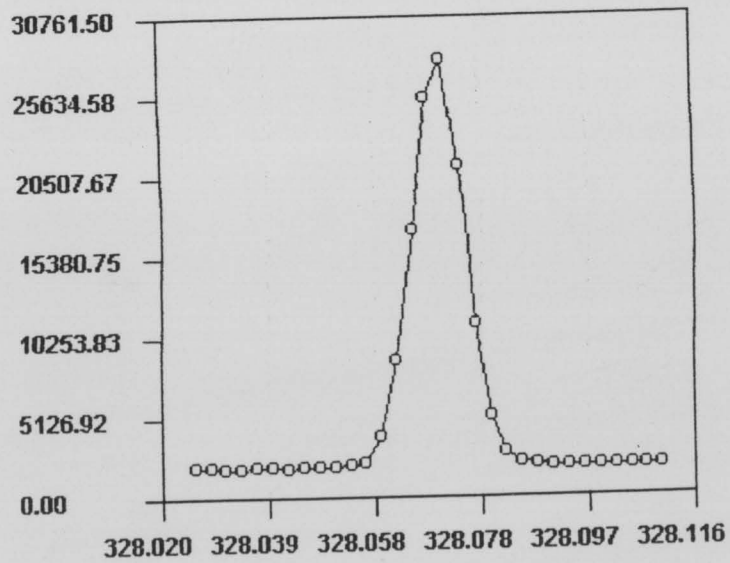
Pb
220.353



Cu
324.754

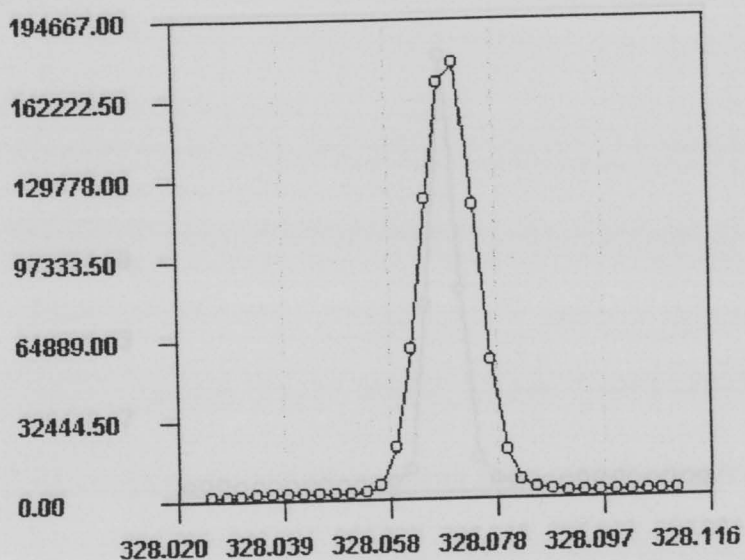


Ag
328.068

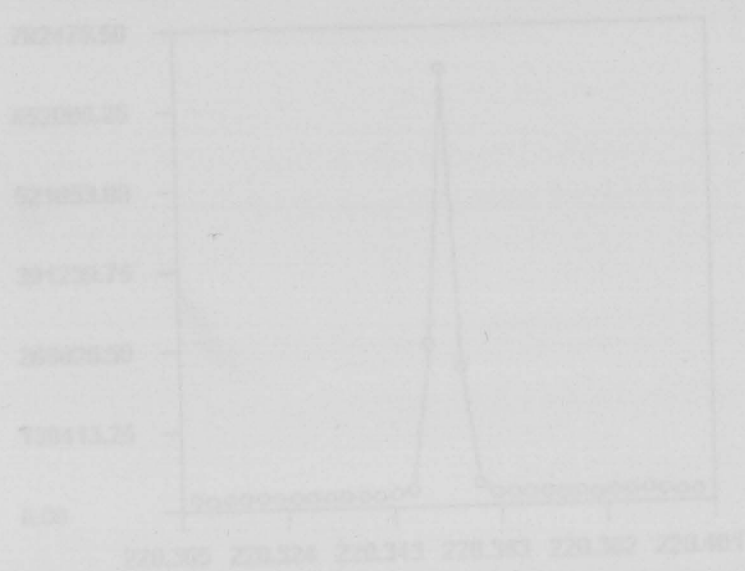


Sequence :	S.(Chapa,Solda)	Standard :	StdQc7
Program name :	M.(Chapa, Solda)	Measured :	26-02-2001 15:59

Ag
328.068

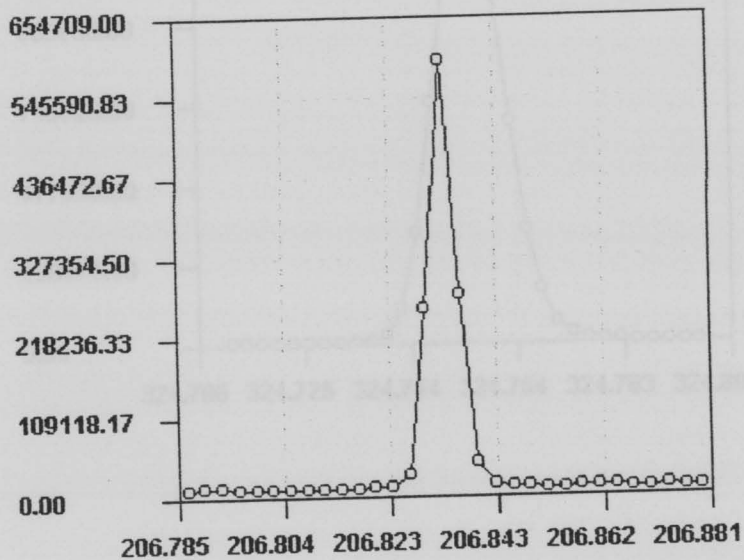


Pb
228.363

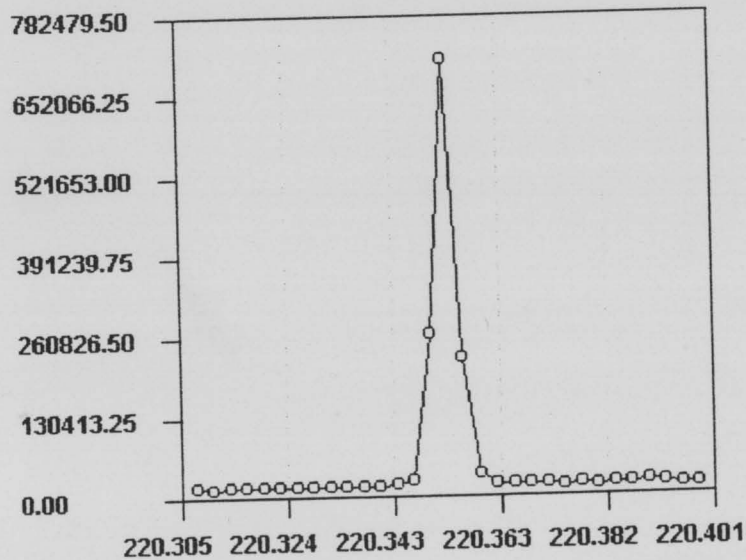


Sequence :	S.(Chapa,Solda)	Standard :	StdQc21+Zr
Program name :	M.(Chapa, Solda)	Measured :	26-02-2001 16:01

Sb
206.833



Pb
220.353



Cu
324.754

1433850.00

1194875.00

955900.00

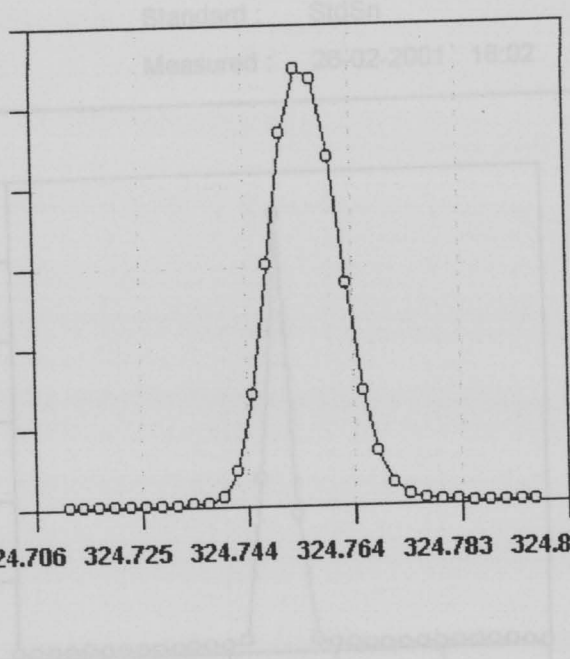
716925.00

477950.00

238975.00

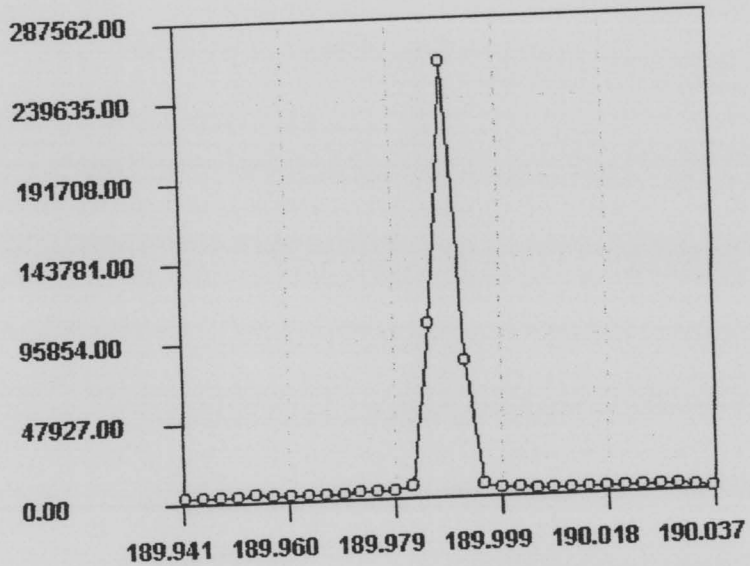
0.00

324.706 324.725 324.744 324.764 324.783 324.802



Sequence :	S.(Chapa,Solda)	Standard :	StdSn
Program name :	M.(Chapa, Solda)	Measured :	26-02-2001 16:02

Sn
189.989





FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000088367

