



PLANO DE ENSINO – Semestre 2018.1

I. IDENTIFICAÇÃO DA DISCIPLINA			
CÓDIGO	NOME DA DISCIPLINA	Nº de Horas-Aula Semanais	Total de Horas/Aula Semestrais
QMC3310	Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS)	04	72

II. HORÁRIO			

III. PROFESSOR MINISTRANTE			
Daniel L. G. Borges			

IV. EMENTA			
<p>Histórico da técnica de ICP-MS. Instrumentação para ICP-MS: sistemas de introdução de amostras; tocha; lente iônica; analisadores de massa (tempo de voo, quadropolos, duplo setor e combinações); detectores. Extração de íons e processos na interface. ICP-MS de alta resolução. Medições de razões isotópicas. Interferências espectrais e não-espectrais. Técnicas de calibração (externa, adição de analito, diluição isotópica). Análise por vaporização eletrotérmica. Ablação a laser. Aplicações.</p>			

V. OBJETIVOS			
<p>A disciplina tem como objetivo fundamental propiciar a familiarização do discente com os princípios da análise instrumental quantitativa inorgânica utilizando a técnica de ICP-MS. Após a conclusão do curso, o discente deve estar apto a compreender o funcionamento, aplicações e restrições inerentes à técnica e identificar parâmetros mínimos necessários à operação do instrumento, de modo a viabilizar a operação e o desenvolvimento de método analíticos.</p>			

VI. CONTEÚDO PROGRAMÁTICO			
- AULAS TEÓRICAS			
A. Instrumentação			
1. Fundamentos da espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado. Tocha e plasma. Acoplamento RF. Introdução da amostra. Destino da amostra. Populações no plasma. Distribuição de íons no plasma. Plasmas induzidos por micro-ondas.			
2. Extração de íons: Camada fronteira e bainha. Potencial do plasma e descarga secundária. Jato supersônico. Dinâmica do gás. Energias cinéticas iônicas.			
3. Focalização de íons: Operação das lentes iônicas. Lentes iônicas em ICP-MS. Efeito espaço-carga.			
4. Espectrômetro de massa quadrupolar: Configuração quadrupolar. Trajetórias iônicas e diagrama de estabilidade. Características dos espectros de massa quadrupolares. Quadropolos de somente RF.			
5. Noções sobre espectrômetros de massa de duplo setor e por tempo de voo.			
6. Detecção dos íons.			
7. Considerações sobre o vácuo.			
B. Interferências			
1. Introdução.			



2. Interferências espectrais: sobreposição isobárica. Íons poliatômicos. Óxidos refratários. Íons de carga dupla. Redução das interferências espectrais. Células de colisão. Células de discriminação por energia cinética. Interface de colisão-reação.
3. Interferências não-espectrais: Sólidos dissolvidos. Efeitos de supressão e aumento de sinal.

C. Calibração e manuseio de dados

1. Conceitos gerais: calibração da escala de massa. Exatidão, precisão e repetibilidade.
2. Modos instrumentais de coleta de dados: *peak hopping*. Varredura.
3. Linearidade da resposta.
4. Brancos.
5. Fatores que afetam a estabilidade do sinal.
6. Análise qualitativa.
7. Calibração semi-quantitativa.
8. Análise quantitativa: Técnicas de calibração externa. Procedimentos de correção de dados brutos. Técnica da adição do analito. Diluição isotópica.

D. Medições de razão isotópica

1. Desempenho instrumental e requisitos.
2. Aplicações.

E. Configurações Instrumentais

1. Nebulizadores
2. Câmaras de nebulização
3. Tochas
4. Interface
5. Espectrômetros de massa de alta resolução (duplo setor)
6. Multicoletores
7. Analisadores por tempo de voo (TOF)
8. Analisadores triplo quadrupolo.

F. Introdução de amostras

1. Vaporização eletrotérmica
2. Injeção em fluxo
3. Introdução direta

G. Análise de amostras sólidas

1. Nebulização de suspensões
2. Ablação a laser
3. Inserção direta da amostra
4. Sólidos em pó
5. Nebulização por arco.

- AULAS PRÁTICAS

1. Análise semi-quantitativa e quantitativa (calibração externa sem e com padrão interno).
2. Otimização completa do equipamento.
3. Estudo de interferências espectrais por íons poliatômicos e utilização de células de reação e colisão (*sujeito a disponibilidade do instrumento*).
4. Estudo de interferências não-espectrais por supressão de sinal.
5. Análise por vaporização eletrotérmica (ETV) e diluição isotópica.
6. Nebulização ultrassônica.



VII. METODOLOGIA DE ENSINO / DESENVOLVIMENTO DO PROGRAMA

As aulas teóricas serão expositivas – participativas, com uso de quadro e de recursos audiovisuais. Serão também conduzidas aulas práticas que abordarão os princípios operacionais básicos inerentes à técnica.

VIII. METODOLOGIA DE AVALIAÇÃO

Está prevista uma avaliação escrita durante o semestre. A avaliação compreenderá também a média obtida a partir dos relatórios de experimentos e a nota obtida na apresentação de seminários ao longo do semestre. A nota final do semestre (**M**) consistirá na média aritmética simples entre as notas da avaliação escrita (**P**), a média aritmética das notas dos relatórios (**MR**) e a nota do seminário (**Sem**) ou a média, caso seja apresentado mais de um seminário por discente, ou seja,

$$M = \frac{P + Sem + MR}{3}$$

O cronograma de avaliações proposto é:

Avaliação escrita: junho

Seminários: maio / junho

IX. BIBLIOGRAFIA BÁSICA

Livro base:

K.E.Jarvis, A.L. Gray, R.S. Houk, *Handbook of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*, Blackie & Son, New York, 1992.

Literatura complementar:

-A. Montaser, D.W. Golightly (Ed.), *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*, Wiley-VCH, New York, 1998.

-J.S. Becker, *Inorganic Mass Spectrometry, Principles and Applications*, West Sussex, Wiley, 2007.

- S. M. Nelms, *ICP Mass Spectrometry Handbook*. Blackwell Publishing, Victoria, 2005.

-A. R. Date, A.L. Gray, *Applications of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*, Blackie, New York, 1993.

-G. Holland, A. N. Eaton, *Applications of Plasma Source Mass Spectrometry II*, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1993.

-D.A.Skoog, F.J.Holler, T.A. Nieman, *Princípios de Análise Instrumental*, 6a. ed., Bookman, Porto Alegre, 2007.

-C. Vandecasteele, C.B. Block, *Modern Method for Trace Element Determination*, Wiley, N.Y., 1993.

-Perkin-Elmer Corporation, *ICP-MS Training*

-R. Thomas, *Practical Guide to ICP-MS*, Marcel Dekker, N.Y., 2004.



Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC
Centro de Ciências Físicas e Matemáticas - CFM
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA - PPGQ



-R. Thomas, *Practical Guide to ICP-MS: A Tutorial for Beginners*, Second Edition (Practical Spectroscopy), Marcel Dekker, N.Y., 2008.