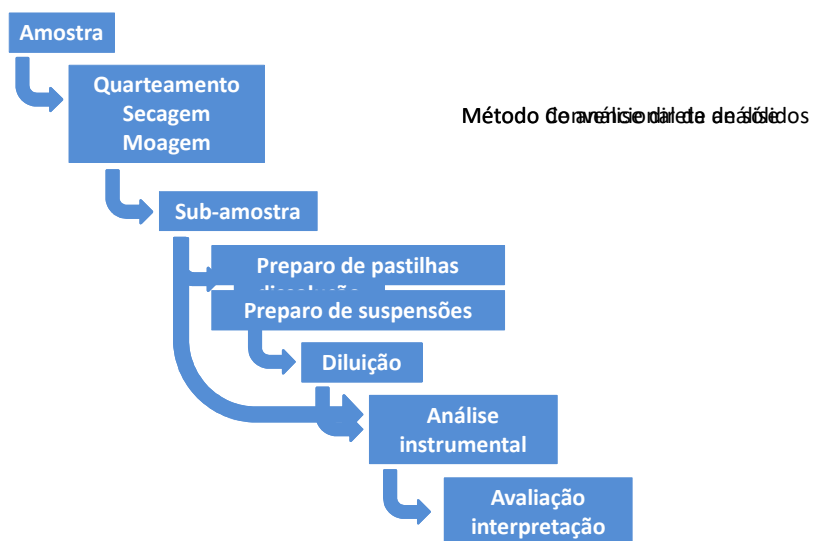


Análise direta de sólidos e suspensões

Marcos Y. Kamogawa

1

Sequência analítica



2

Amostragem de Sólidos e Suspensões

Vantagens

- Simplificação no pré tratamento da amostra
- Minimização dos riscos de contaminação
- Menor risco de perdas do analito
- Menor periculosidade
- Minimização da geração de resíduos
- Maior poder de detecção, amostras não diluídas
- Possibilidade de se analisar pequena quantidade de amostra.

Nomura, C.S.; Oliveira, P.V.; *Ânálise direta de sólidos e suspensões, Métodos de preparo de amostras*, 2008.

3

Técnicas de análise

- Espectrometria de emissão óptica com fonte de Arco ou centelha
- Espectrometria de fluorescência de raios-X
- Análise por ativação neutrônica
- Ablação por laser para amostragem em ICP OES e ICP MS
- Análise direta de sólidos ou suspensões por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica ou em chama. (GF AAS ou F AAS)
- Análise direta de suspensões por espectrometria de emissão óptica com plasma de argônio induzido (ICP OES)
- Análise direta de suspensões por espectrometria massas acoplada a fonte de plasma (ICP MS)

4

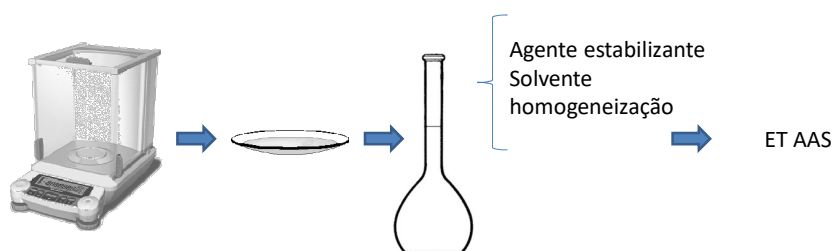
Análise direta suspensões em ET AAS

Marcos Kamogawa
Kamogawa@esalq.usp.br

5

Suspensões em ET AAS

- Suspensões de até 5% (m/v)
- Tamanho de partículas menores que 10-25 μm
- Agente estabilizante Ex.: Triton X-100



6

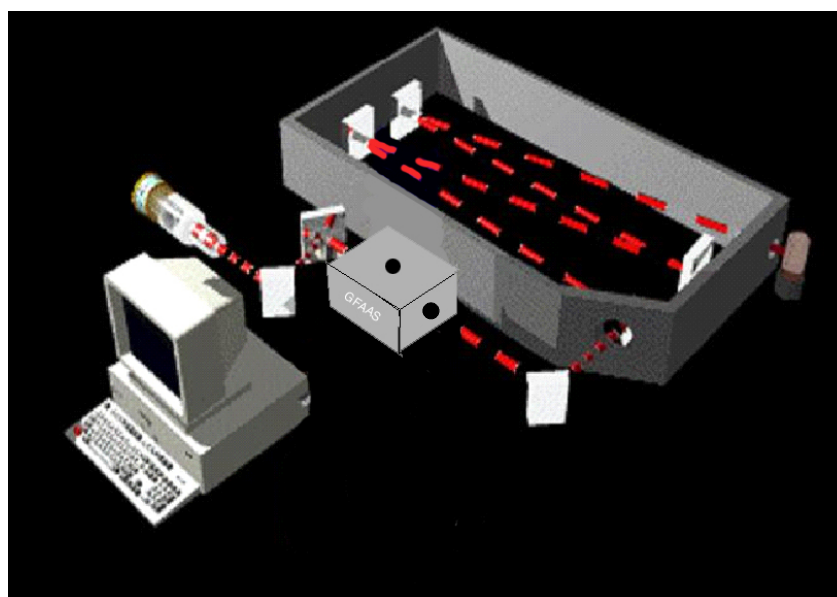
ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA



Fonte: www.varianinc.com

7

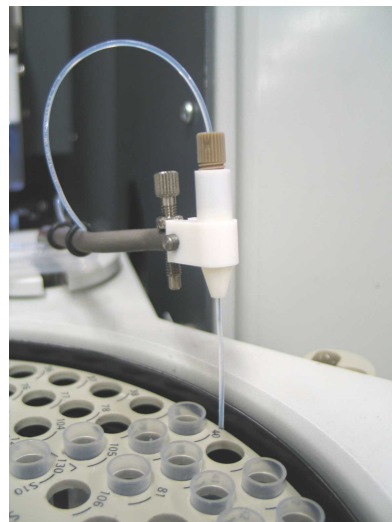
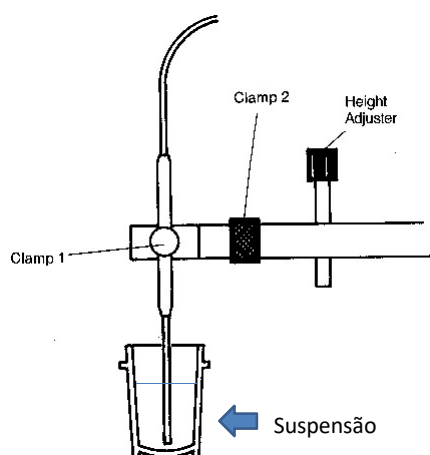
GFAAS



Fonte: Adaptado de www.varianinc.com

8

AUTO AMOSTRADOR



9

GFAAS

Fonte: www.varianinc.com

10

FORNO DE GRAFITE



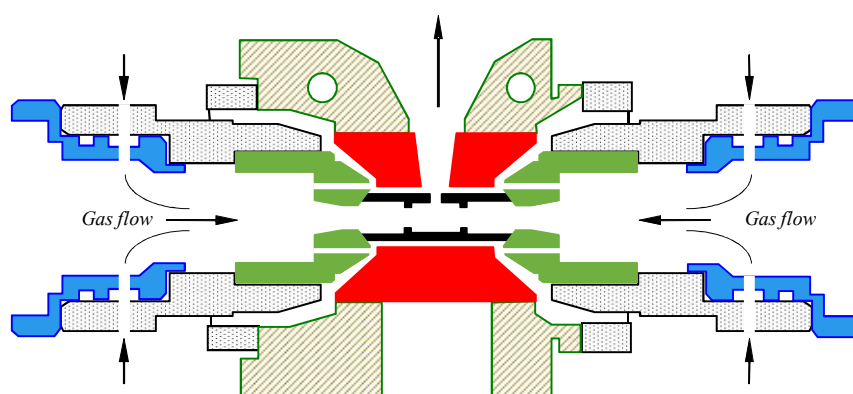
Longitudinal

Transversal



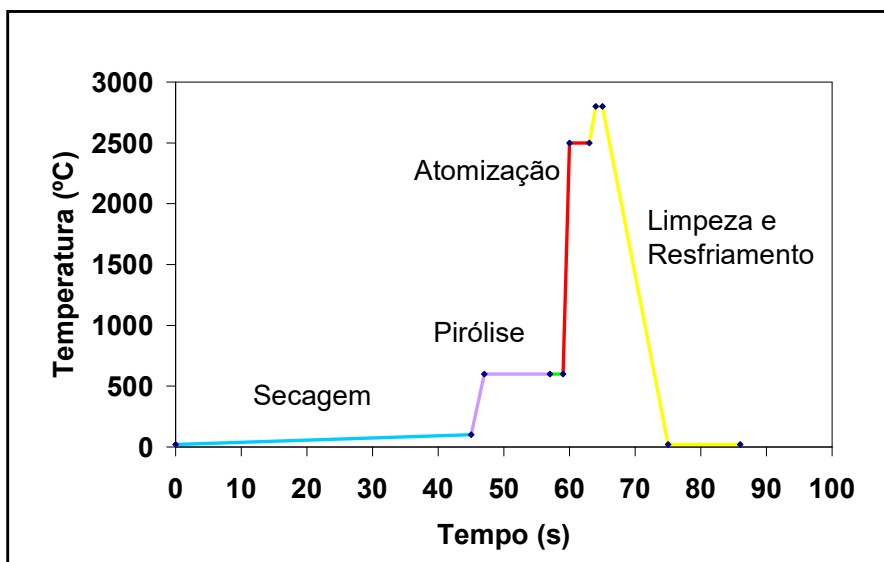
Fonte: www.varianinc.com
www.perkinelmer.com

11



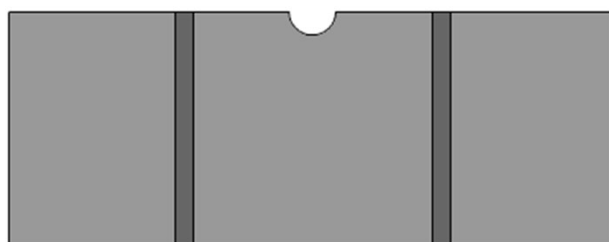
12

PROGRAMA DE AQUECIMENTO

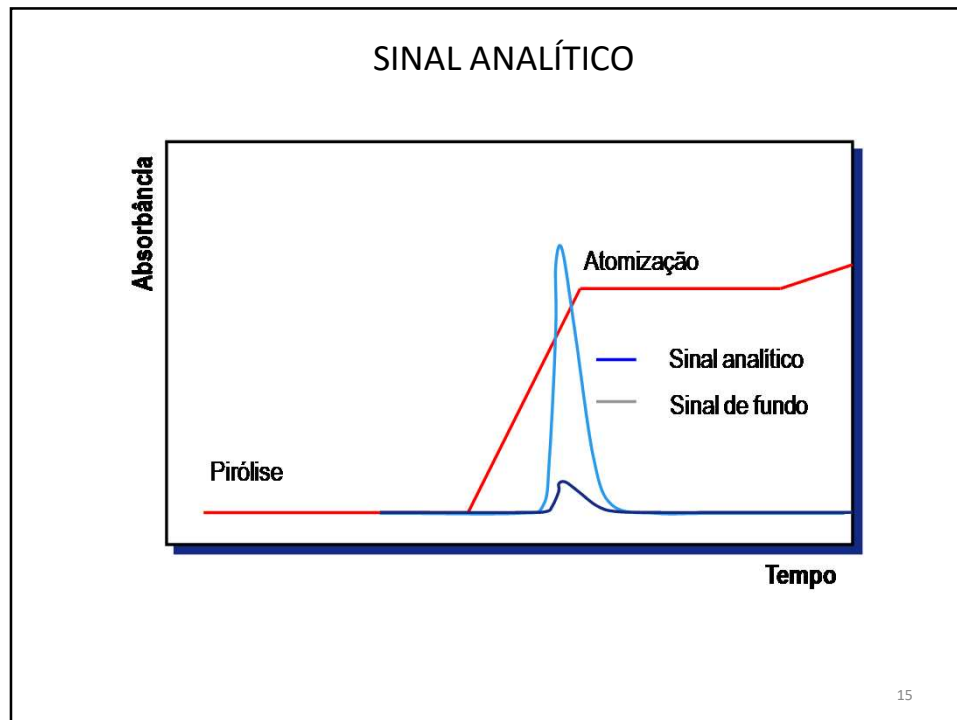


13

PROGRAMA DE AQUECIMENTO



14



Preparo da amostra *In situ* > suspensão

- Simplificação no pré tratamento da amostra
 - Pirólise da amostra em um forno a alta temperatura
 - Eliminação de interferentes
- Minimização dos riscos de contaminação
- Menor risco de perdas do analito
 - Uso de modificadores químicos
- Minimização da geração de resíduos
- Possibilidade de se analisar pequena quantidade de amostra.

16

Suspensões > Destaques

- Introdução da amostra
- Eficiência de atomização
- Homogeneidade da amostra
- Calibração do equipamento
- Interferências espectrais

Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

17

Suspensões > Destaques > Introdução da amostra

- Fator crítico na técnica de introdução da amostra por suspensões
- A suspensão deve ser **estabilizada** e/ou **homogeneizada** antes do início da análise para garantir a representatividade.
- Eliminar o problema de sedimentação do material suspenso
- Homogeneizadores
 - Agitadores magnéticos
 - misturadores por efeito vortex
 - borbulhamento de gás
 - agitadores ultrasônicos

Magalhães, C.E.C., et al, Química nova, 21(4), 1998.

18

Suspensões > Destaques > Introdução da amostra

- Agentes estabilizantes
 - Triton X-100
 - Viscalex
 - Glicerol
 - Etanol, isopropanol
 - HMP-hexametafosfato
 - trietanolamina
 - pirofosfato de sódio
- A capacidade de estabilização desses agentes é extremamente dependente das características da amostra, concentração do agente estabilizante e tamanho de partícula

Magalhães, C.E.C., et al, Química nova, 21(4), 1998.

19

Suspensões > Destaques > Eficiência de atomização

- Tamanho da partícula – etapa crítica de suspensões
 - Efeitos de transferência de calor
 - Cinética de evaporação do analito
 - Interação físico-químicas do analito com a matriz sólida
- Quanto maior o tamanho da partícula, maior tempo ou temperatura de atomização serão necessários para atomizar todo o analito.

20

Suspensões > Destaques > Homogeneidade da amostra

- Melhora da precisão, entre replicatas da mesma amostra, quando o tamanho das partículas é reduzido. $<10\ \mu\text{m}$
$$\text{RSD} = (K_s/m)^{1/2}$$
- Moagem da amostra é fundamental
 - Tipo de moinho e método de moagem
 - Frasco de moagem
 - Tempo de moagem
 - Tamanho da partícula e distribuição do tamanho de partícula
 - Técnicas de peneiramento
- Maiores massas de amostra melhoram a precisão
- Desvios padrões superiores aos obtidos em solução aquosa

21

Suspensões > Destaques > Calibração do equipamento

- Na análise de suspensão é possível, na maioria dos casos, o uso de padrões aquosos para a obtenção de curva analítica e posterior obtenção da concentração do analito na suspensão
- A concentração do analito pode ser checada da mesma forma que na análise direta de sólidos, ou seja, com o emprego de material de referência certificado ou pela técnica da adição de padrão

22

Suspensões > Destaques > Interferências espectrais ou não espectrais

- Problemas associados a atomização da matriz
- Necessidade do uso de modificadores químicos
- Corretores de absorção de fundo
 - Zeeman
 - Moduladores de comprimento de onda
- Sinal de fundo do agente estabilizante

23

Suspensões > Aplicações

- Amostras ambientais
- Amostras geológicas
- Amostras biológicas
- Amostras industriais
- Amostras gêneros alimentícios
- Amostras de difícil decomposição
- Disponibilidade de pequena massa de amostra

24

Suspensões > Aplicações



Spectrochimica Acta Part B 56 (2001) 1973–1980

SPECTROCHIMICA
ACTA
PART B
www.elsevier.com/locate/sab

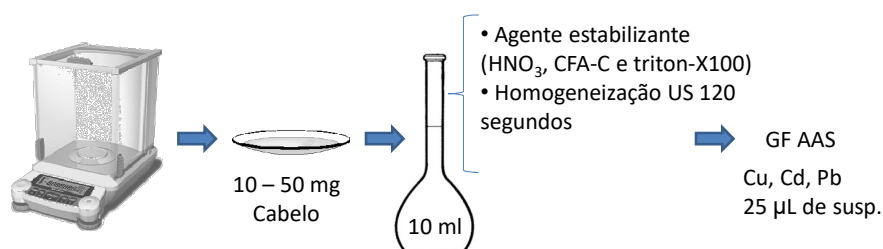
A new strategy for preparation of hair slurries using
cryogenic grinding and water-soluble tertiary-amines
medium[☆]

Marcos Y. Kamogawa^{a,b}, Ana Rita A. Nogueira^{a,*}, Leticia M. Costa^b,
Edivaldo E. Garcia^b, Joaquim A. Nóbrega^b

25

Suspensões > Aplicações > Preparo da suspensão

- Cabelo lavado com acetona e água (3 vezes cada) seco em estufa a 60°C.
- Moagem criogênica – 5 min. pré congelamento, três ciclos de moagem (2 min. com intervalo de 1 min entre cada) = total 13 min.



26

Suspensões > Aplicações > Resultados

Table 4
Determination of Cd, Cu and Pb in a hair certified reference material (GBW076901) by slurry sampling in 0.1% v/v CFA-C medium

Analyte	Certified value ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Slurry sampling ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Cd	0.11 ± 0.02	0.14 ± 0.02
Cu	10.6 ± 0.7	10.6 ± 0.1
Pb	8.8 ± 0.9	9.6 ± 0.1

Average and standard deviation of $n = 3$ determinations.

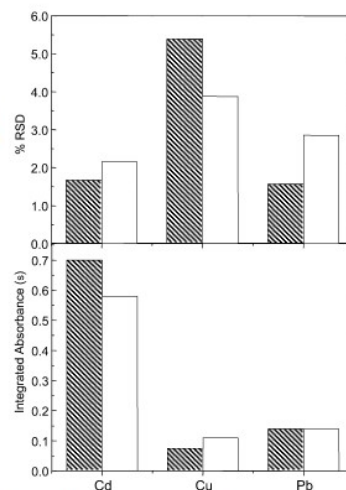


Fig. 1. R.S.D. and mean integrated absorbance values for cadmium, copper, and lead ($n = 10$) in $\square$ CFA-C and $\blacksquare$ Triton X-100 medium.

27

Suspensões > Aplicações

Comparison of ultrasound-assisted extraction, slurry sampling and microwave-assisted digestion for cadmium, copper and lead determination in biological and sediment samples by electrothermal atomic absorption spectrometry

Éder C. Lima,^a Fernando Barbosa Jr.,^b Francisco J. Krug,^b Márcia M. Silva^a and Maria G. R. Vale^a

JAS
Full
Paper

28

Suspensões > Aplicações > Preparo da amostra

- Comparação de extração ultrassom, suspensão e digestão assistida por micro-ondas.

Suspensão

- 0,1 – 1,25g de amostra
- 50 mL 0,04% triton X-100 + 0,5% HNO_3
- Ultrassom 10 minutos

Extração US

- 0,01 – 0,2g de amostra
- 2 mL 0,05-10% HNO_3
- Ultrassom 2-5 minutos sonda 100W
- Centrifugação por 5 min 5000 rpm.

Digestão MW

- 0,2g de amostra
- 2 mL HNO_3
- MW 400-500W – 10-15 min. (amostra orgânica)

- 0,2g de amostra
- 1,5 mL HNO_3 + 0,5 HCl + 1,5 HF
- MW 500-700W – 10-15 min.
- 1 mL H_2SO_4 evaporação do HF (sedimentos)

29

Suspensões > Aplicações > Resultados

Table 2 Cadmium, lead and copper determination in biological materials by ETAAS ($n=5$). Confidence interval at 99% confidence level ($t_{\text{student}}=4,604$)

	Certified values	Ultrasound extraction	Slurry	Digested samples
Coppepod homogenate (MA-A-1)/ $\mu\text{g g}^{-1}$				
Cd	0.750 ± 0.30	0.740 ± 0.12	0.742 ± 0.11	0.752 ± 0.18
Pb	2.10 ± 0.30	2.07 ± 0.09	2.12 ± 0.12	2.14 ± 0.28
Cu	7.6 ± 0.2	7.45 ± 0.14	7.55 ± 0.12	7.72 ± 0.17
Fish flesh homogenate (MA-A-2)/ $\mu\text{g g}^{-1}$				
Cd	0.066 ± 0.004	0.066 ± 0.003	0.065 ± 0.002	0.071 ± 0.005
Pb	0.58 ± 0.07	0.61 ± 0.03	0.56 ± 0.05	0.52 ± 0.08
Cu	4.0 ± 0.1	4.06 ± 0.02	3.97 ± 0.02	4.08 ± 0.12
Pig kidney (CRM 186)/ $\mu\text{g g}^{-1}$				
Cd	2.71 ± 0.15	2.70 ± 0.09	2.73 ± 0.12	2.71 ± 0.15
Pb	0.306 ± 0.011	0.300 ± 0.01	0.312 ± 0.02	0.315 ± 0.02
Cu	31.9 ± 0.4	31.6 ± 0.17	31.9 ± 0.18	32.2 ± 0.38

Table 3 Cadmium determination in sediment samples by ETAAS ($n=5$). Confidence interval at 99% confidence level ($t_{\text{student}}=4,604$)

Samples	$\text{Cd}/\mu\text{g g}^{-1}$			
	Certified value	Ultrasound extraction	Slurry	Digested
Buffalo river sediment SRM 2704	3.46 ± 0.22	3.45 ± 0.03	3.49 ± 0.05	3.56 ± 0.09
Pond sediment NIES 2	0.82 ± 0.6	0.81 ± 0.02	0.82 ± 0.02	0.81 ± 0.05
Lake sediment SL-1	0.26 ± 0.05	0.26 ± 0.02	0.25 ± 0.02	0.30 ± 0.03
River sediment CRM 320	0.53 ± 0.03	0.54 ± 0.002	0.53 ± 0.002	0.55 ± 0.01
Marine sediment - SD-N-1/2	11 ± 1	11.1 ± 0.2	10.4 ± 0.3	11.7 ± 0.8

30

Análise direta de sólidos em ET AAS

Marcos Kamogawa
Kamogawa@esalq.usp.br

31

Sólidos em ET AAS

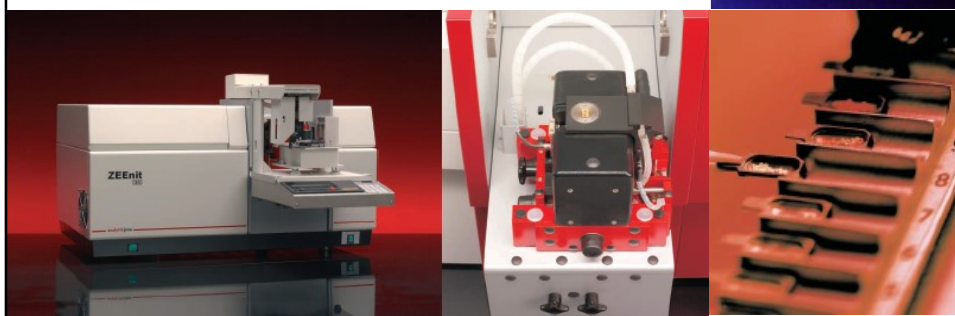
- Massas de 0,05 – 10 mg de amostra
- Replicatas de 3 a 10 (precisão)
- Tamanho de partículas menores que 10-25 μm

Amostra → Moagem → ET AAS

32

SS-GFAAS

- Análise direta de sólidos
- Tamanho de partícula reduzido



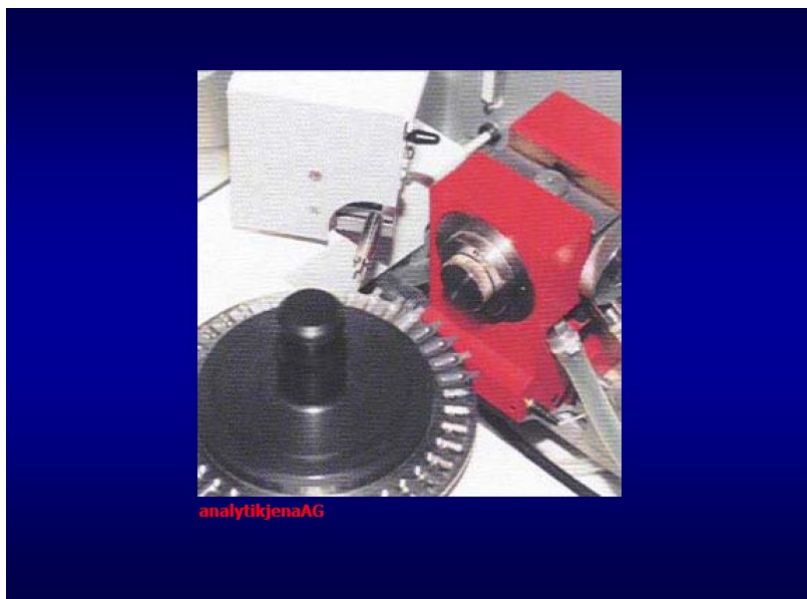
<http://www.analytik-jena.de>

33

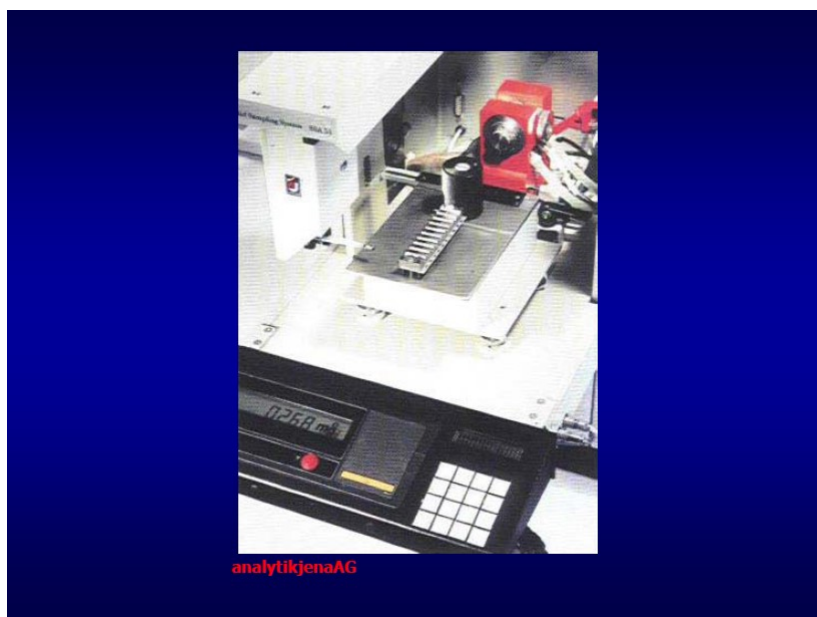
AMOSTRADOR DE SÓLIDOS



34



35



36

Preparo da amostra sólida *In situ*

- Simplificação no pré tratamento da amostra
 - Pirólise da amostra em um forno a alta temperatura
 - Eliminação de interferentes
- Minimização dos riscos de contaminação
- Menor risco de perdas do analito
 - Uso de modificadores químicos
- Minimização da geração de resíduos
- Avaliar micro distribuição
- Minimizar interferências provocadas por ácidos
- Possibilidade de se analisar pequena quantidade de amostra.

37

Suspensões > Destaques

- Introdução da amostra
- Eficiência de atomização
- Homogeneidade da amostra
- Calibração do equipamento
- Interferências espectrais
- Branco analítico

38

Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

Suspensões > aplicações

- Materiais de alta pureza
- Materiais de difícil solubilização
- Estudo da homogeneidade
- Disponibilidade de pequena massa de amostra

M.A. Belarra, M. Resano, F. Vanhaecke, L. Moens, Trends in Anal. Chem., 21, 828, 2002.

39

Suspensões > aplicações

DETERMINAÇÃO DE Fe EM AREIA

- ✓ **Aplicação:** Indústria de vidro
- ✓ **Fe:** impureza

Procedimento convencional

Moagem + Digestão
Reagentes: HCl/HF/HClO₄
Tempo gasto: **4 horas**

SS-ETAAS

Moagem
Tempo gasto: **30 minutos**

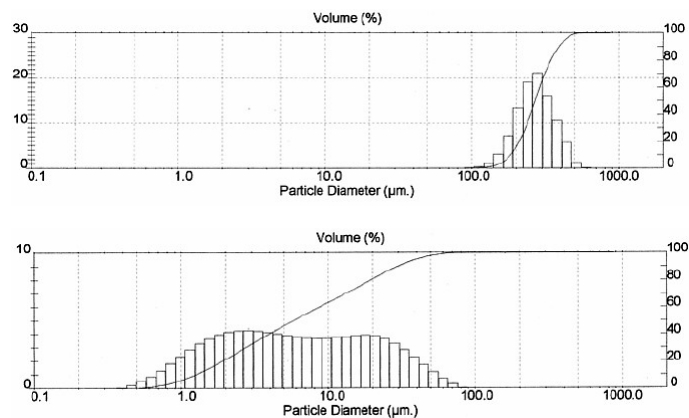


C. S. Silva, C. S. Nomura, J. A. Nóbrega, P. V. Oliveira

Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

40

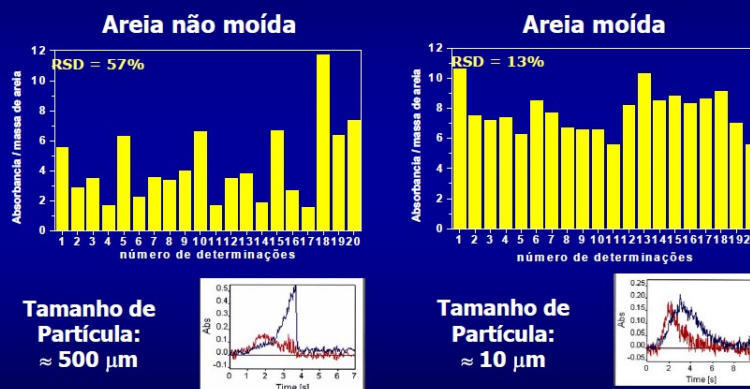
Suspensões > aplicações



Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

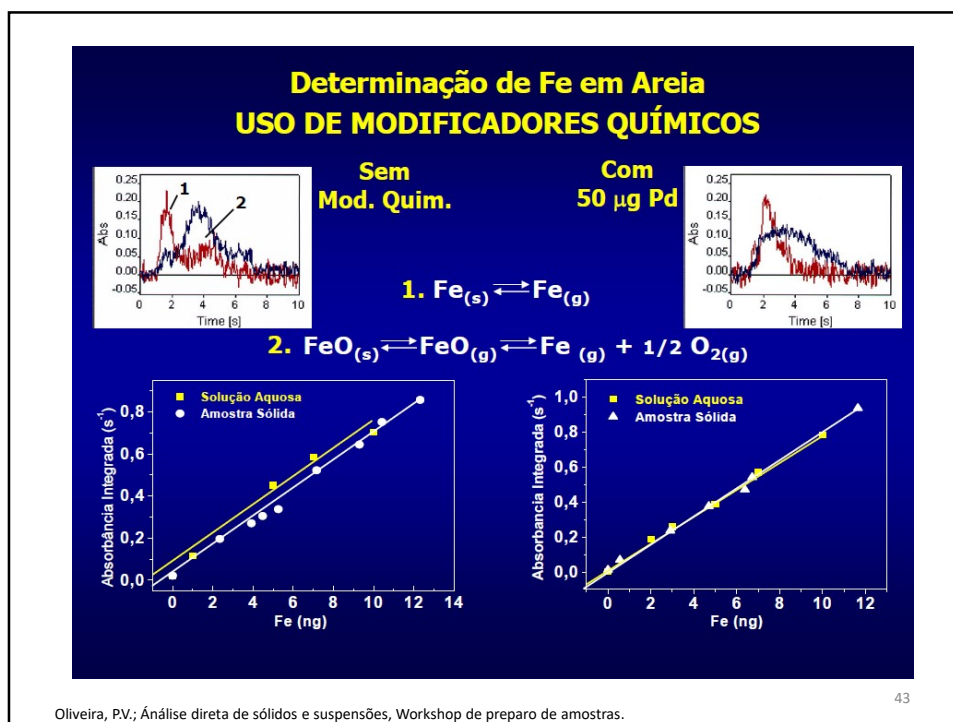
41

Determinação de Fe em Areia HOMOGENEIDADE x TAMANHO DE PARTÍCULA



Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

42



Determinação de Fe em Areia

Amostra	Referência	Com Mod. Quím.	Sem Mod. Quím.
A1	0,015	0,017 ± 0,001	0,013 ± 0,001
A2	0,017	0,014 ± 0,001	0,016 ± 0,001
A3	0,015	0,011 ± 0,003	0,012 ± 0,001
A4	0,015	0,015 ± 0,001	0,011 ± 0,001
A5	0,016	0,018 ± 0,002	0,012 ± 0,001
n = 5			

44

Oliveira, P.V.; Análise direta de sólidos e suspensões, Workshop de preparo de amostras.

Análise Direta de Suspensões em ICP OES

Marcos Y. Kamogawa

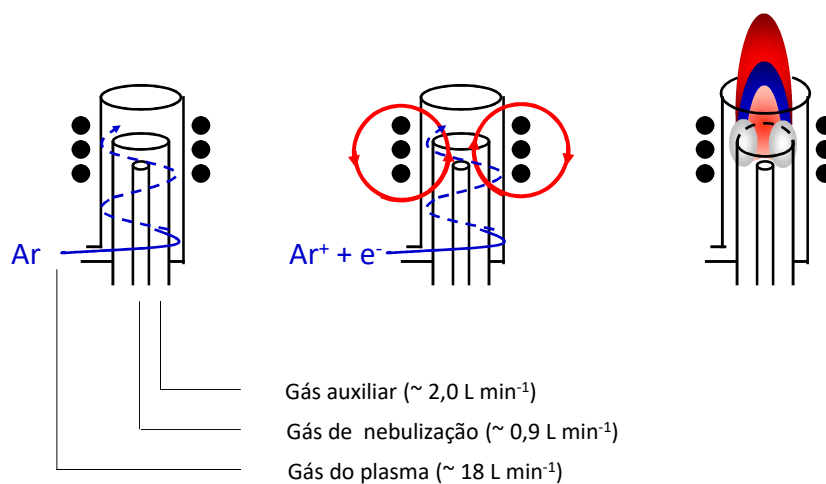
45

Características do ICP

- Temperatura 5,000 – 10,000 K
- Tempo de residência de 3 ms
- Elevada densidade eletrônica 10^{14} a 10^{15} elétrons cm^{-3}
- Formação de átomos livres em um ambiente quimicamente inerte
- Espécies moleculares ausentes ou em baixo nível
- Ausência de eletrodos
- Não emprego de gases explosíveis
- Característica multielementar

46

Fonte de Plasma



Cortesia Varian

47

Mecanismos de Excitação



Reação de
ionização
de Penning



Cortesia Varian

48

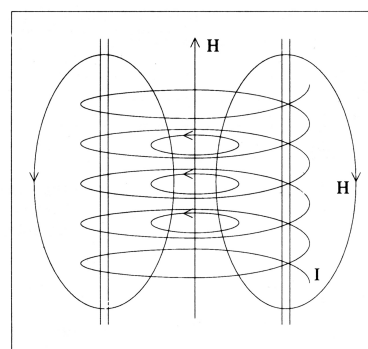
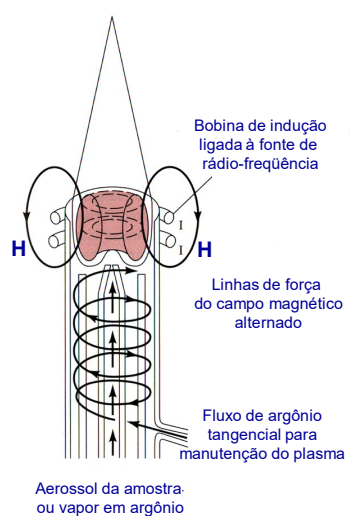
Reações de Transferência de Carga



Cortesia Varian

49

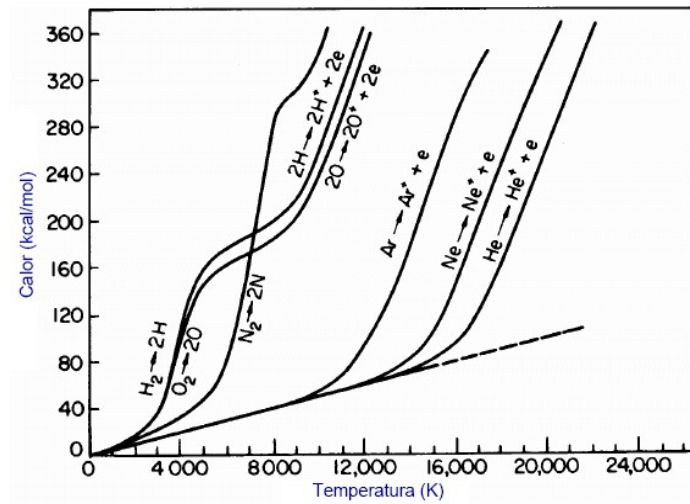
Fonte de Plasma



Cortesia Varian

50

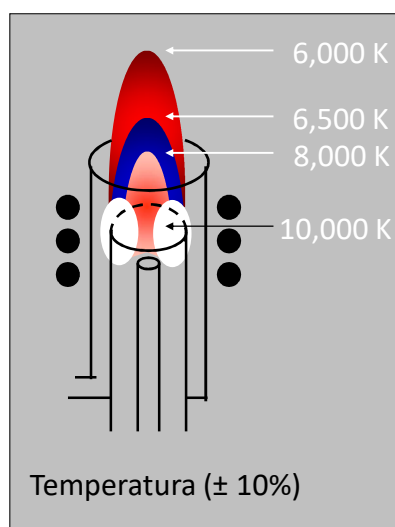
Fonte de Plasma



Cortesia Varian

51

Fonte de Plasma

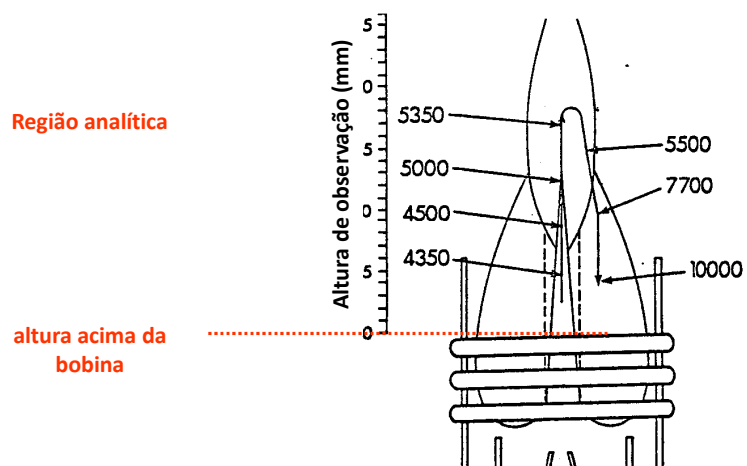


Cortesia Varian



52

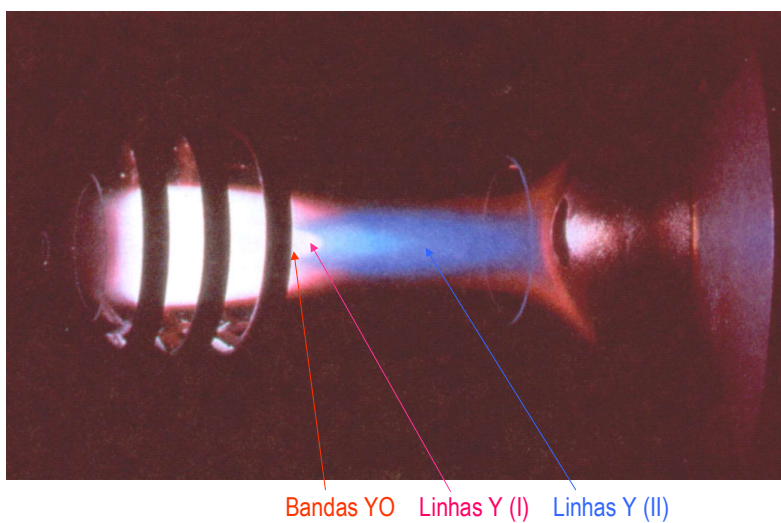
Fonte de Plasma - Zona Analítica



Cortesia Varian

53

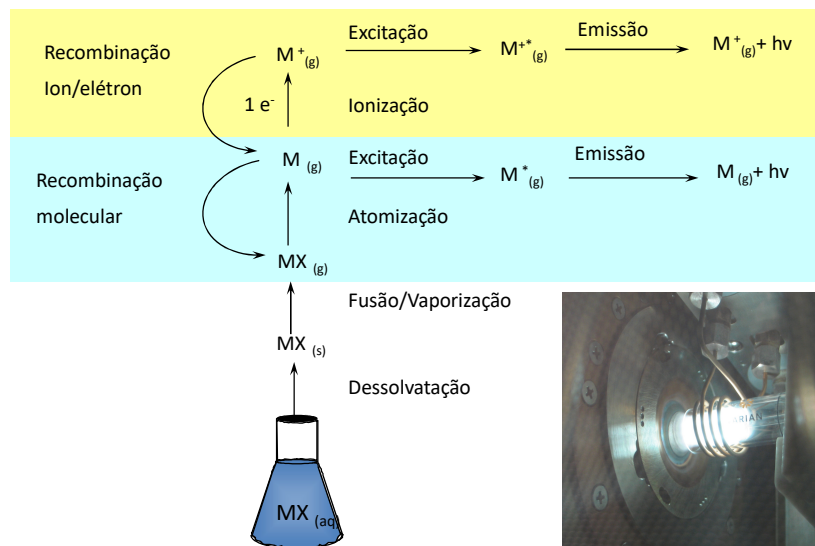
Fonte de Plasma - Zona Analítica



Cortesia Varian

54

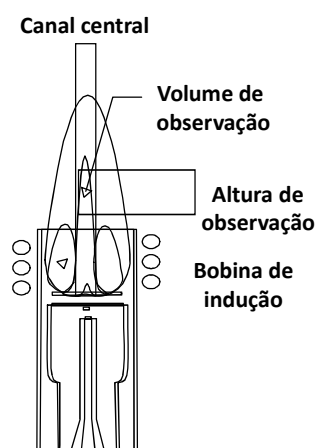
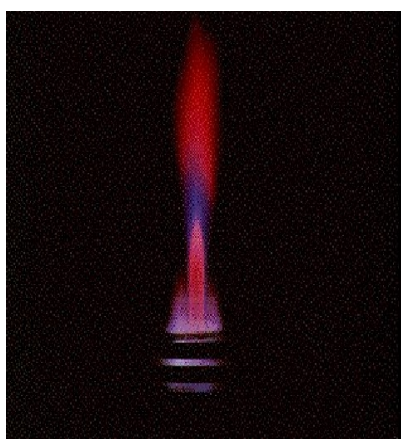
Transferência Energia



Cortesia Varian

55

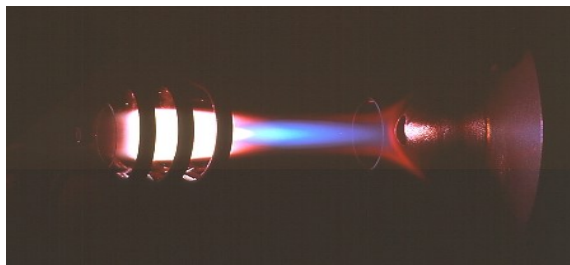
Configuração Radial



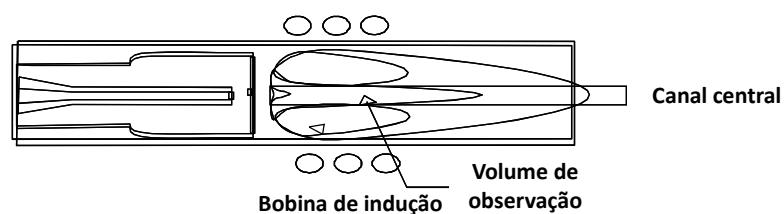
Cortesia Varian

56

Configuração Axial



- Auto absorção
- Interferências
- Tolerância a sólidos dissolvidos



Cortesia Varian

57

Limite de Detecção (Axial/Radial)

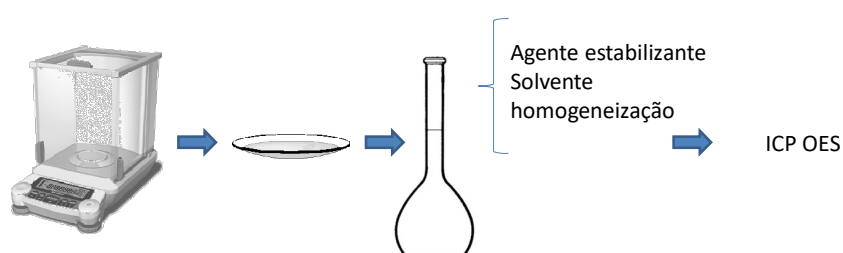
Elemento	λ (nm)	LOD Radial ($\mu\text{g L}^{-1}$)	LOD Axial ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Axial/Radial
Ag	328.068	1	0.3	3.3
Al	167.016	0.9	0.2	4.5
As	188.979	5	1.5	3.3
Au	267.595	5	1.0	5
B	249.773	0.6	0.1	6
Ba	455.403	0.15	0.03	5
Be	234.861	0.05	0.01	5
Bi	223.061	6	2	3
Ca	396.847	0.06	0.01	6
Cd	214.438	0.6	0.05	12
Ce	418.660	2	2	1
Co	238.892	1	0.2	5
Cr	267.716	0.9	0.15	6
Cu	327.396	1	0.3	3.3
Fe	259.940	0.8	0.1	8

Cortesia Varian

58

Suspensões em ICP OES

- Suspensões de até 5% (m/v)
- Tamanho de partículas menores que 5-10 μm
- Agente estabilizante Ex.: Triton X-100, HNO_3



59

Suspensões > Destaques

- Introdução da amostra
 - Tamanho da partícula
 - Nebulização
- Calibração do equipamento
- Interferências

60

Suspensões > Destaques > Introdução da amostra

- Fator crítico na técnica de introdução da amostra por suspensões
- A suspensão deve ser **estabilizada** e/ou **homogeneizada** antes do início da análise para garantir a representatividade.
- Eliminar o problema de sedimentação do material suspenso
- Homogeneizadores
 - Agitadores magnéticos
 - misturadores por efeito vortex
 - borbulhamento de gás
 - agitadores ultrasônicos

Magalhães, C.E.C., et al, Química nova, 21(4), 1998.

61

Suspensões > Destaques > Introdução da amostra

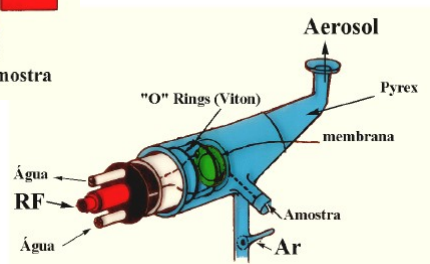
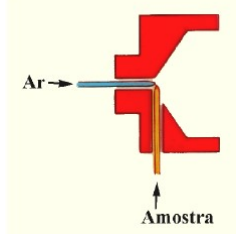
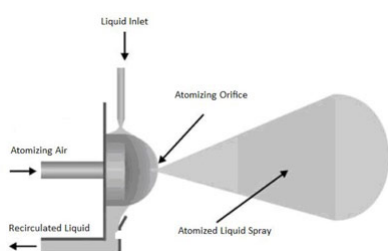
- Agentes estabilizantes
 - Triton X-100
 - Viscalex
 - Glicerol
 - Etanol, isopropanol
 - HMP-hexametafosfato
 - trietanolamina
 - pirofosfato de sódio
- A capacidade de estabilização desses agentes é extremamente dependente das características da amostra, concentração do agente estabilizante e tamanho de partícula

Magalhães, C.E.C., et al, Química nova, 21(4), 1998.

62

Suspensões > Destaques > Introdução da amostra

- Nebulizador
 - Cross-flow
 - Ultrassom
 - Babington



63

Suspensões > Destaques > Calibração do equipamento

- Partículas de tamanho reduzido são fundamentais para que o analito na suspensão seja transportado para o plasma com a mesma eficiência da solução aquosa.
- Interação partícula-plasma sofre influência do tamanho da partícula, mineralogia, composição química. O processo de interação de materiais refratários não será igual que soluções aquosas. O tempo de residência serão diferentes.
- Na análise de suspensão é possível o uso de padrões aquosos para a obtenção de curva analítica e posterior obtenção da concentração do analito na suspensão

64

Suspensões > Destaques > Interferências espectrais ou não espectrais

- Problemas de nebulização
- Tempos de residência diferentes
- Uso de materiais de referência certificados com características físicas e químicas similares ao material analisado.
- Uso de padrões internos, pode compensar problemas relacionados ao transporte da amostra ou a ineficiência de atomização da suspensão.
- Método de adição de padrão generalizado (GSAM) – considera duas variáveis – massa da amostra e quantidade da solução padrão adicionada

65

Suspensões > Aplicações

Direct analysis of clay and refractory materials slurries by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with axial viewing using the simplified generalized standard additions method

Mirian C. Santos and Joaquim A. Nóbrega*

J. Anal. At. Spectrom., 2007, 22, 93–96

Table 2 Experimental parameters of the generalized standard additions method for the determination Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, Si, and Ti in certified reference materials of clays and refractories slurries in 10% v/v HNO₃

Point	Sample mass/ mg	Volume of reference solution/mL	Point	Sample mass/ mg	Volume of reference solution/mL
A	0	0	I	0	2.0
B	60.0	0	J	60.0	2.0
C	90.0	0	K	90.0	2.0
D	120.0	0	L	120.0	2.0
E	0	1.0	M	0	3.0
F	60.0	1.0	N	60.0	3.0
G	90.0	1.0	O	90.0	3.0
H	120.0	1.0	P	120.0	3.0

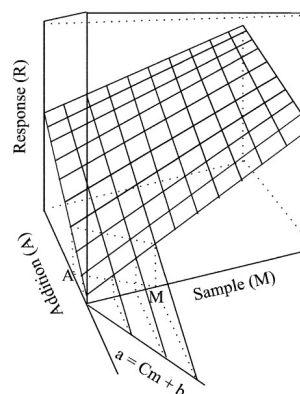
- Volume de 100 mL
 - 5 min. Ultrassom
 - Agitação com vortex
- Para a introdução no ICP OES.

66

Método de adição padrão generalizada

Element as oxide		IPT-28	IPT-32
Al ₂ O ₃	Determined value (%)	37.8 ± 8.18	31.2 ± 2.8
	Certified value (%)	37.58 ± 0.22	28.5 ± 0.3
CaO	Determined value (%)	0.13 ± 0.02	0.18 ± 0.01
	Certified value (%)	0.10 ± 0.03	0.17 ± 0.03
Fe ₂ O ₃	Determined value (%)	0.88 ± 0.14	3.39 ± 0.31
	Certified value (%)	0.83 ± 0.06	3.46 ± 0.10
K ₂ O	Determined value (%)	0.03 ± 0.03	0.96 ± 0.05
	Certified value (%)	0.03 ± 0.01	0.80 ± 0.05
MgO	Determined value (%)	0.06 ± 0.02	0.47 ± 0.04
	Certified value (%)	0.04 ± 0.01	0.39 ± 0.07
Na ₂ O	Determined value (%)	0.03 ± 0.03	0.14 ± 0.06
	Certified value (%)	0.02 ± 0.01	0.16 ± 0.02
P ₂ O ₅	Determined value (%)	0.13 ± 0.02	0.09 ± 0.03
	Certified value (%)	0.15 ± 0.01	0.13 ± 0.01
SiO ₂	Determined value (%)	42.5 ± 2.6	55.4 ± 9.5
	Certified value (%)	45.14 ± 0.26	51.8 ± 0.03
TiO ₂	Determined value (%)	1.93 ± 0.35	1.68 ± 0.28
	Certified value (%)	2.04 ± 0.15	1.49 ± 0.05

^a Correlation coefficient <0.5. ^b The determined values are close to 0.



Geometrical expression of the simplified GSAM

67

Suspensões > Aplicações

Clay and Refractory Materials Slurries in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry: Effects of Mechanochemical Synthesis on Emission Intensities of Analytes

Mirian C. Santos^a, Ana Rita A. Nogueira^b and Joaquim A. Nóbrega^{*a}

J. Braz. Chem. Soc., Vol. 16, No. 3A, 372-380, 2005.

- 0,5 g de argila e material refratário
- 2,5 g do modificador LiBO₂ e Na₂CO₃
- 0,5 a 3 horas de moagem
- Carbetto de tungstênio
- tamanho de partículas menores que 37 um
- amostras secas a 100°C após a moagem
- suspensão: 0,12 g em 100 mL de HNO₃ 10%
- 5 minutos de ultrassom.

68

Suspensões > Aplicações > Resultados

Sample Material	Ground without modifier	Ground with LiBO ₂	Ground with Na ₂ CO ₃
Clay IPT-28	Kaolinite	Quartz Lithium boron hydroxide Diomignite	Trona Thermonatrite
Clay IPT-32	Kaolinite	Kaolinite Diomignite Sassolite	Trona Thermonatrite Quartz
Clay IPT-42	Quartz Kaolinite	Cristobalite Ankelite Rutile Lithium boron hydroxide Quartz	Thermonatrite Muscovite Rutile Sodium hydrogen oxalate hydrate Quartz
Refractory material IPT-57	Mulite Quartz Corundum	Quartz Lithium boron hydroxide Mulite Rutile Corundum	Thermonatrite Mulite Quartz Trona Corundum Natrite
Refractory material IPT – 63	Cristobalite Tridymite Rutile	Quartz Cristobalite Tridymite Lithium aluminum silicate β-Spumode	Thermonatrite Cristobalite Tridymite

69

Suspensões > Aplicações > Resultados

Table 3. Effect of the grinding time on percentage of increment of emission intensities of analytes for IPT-42 clay slurries modified with LiBO₂

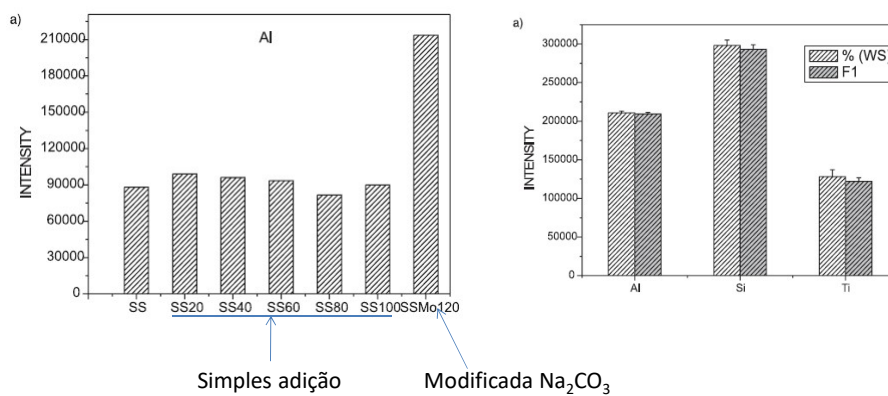
Analyte	0.5		1.0		time / h 1.5		2.0		3.0	
	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD
Al	131	1.3	146	0.9	156	1.3	160	1.8	163	1.9
Ca	124	2.9	139	3.9	150	3.1	160	4.8	165	6.1
Fe	135	4.7	153	3.5	157	4.2	170	4.1	178	5.9
K	328	5.1	374	4.2	386	4.3	405	3.9	435	5.3
Mg	123	1.3	134	2.1	142	2.4	150	1.9	162	2.1
P	49.5	1.6	68.5	2.7	85.8	1.9	100	3.1	109	4.0
Si	495	2.3	472	3.3	528	2.9	590	4.1	634	3.7
Ti	131	5.9	146	4.3	156	4.5	160	5.7	163	6.7

Table 4. Effect of the grinding time on percentage of increment of emission intensities of analytes for IPT-42 clay slurries modified with Na₂CO₃

Analyte	0.5		1.0		time / h 1.5		2.0		3.0	
	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD	Mean	RSD
Al	187	2.3	187	1.4	207	2.9	210	2.1	210	1.8
Ca	214	3.4	234	3.2	291	3.5	300	4.8	314	6.1
Fe	195	4.4	182	4.7	221	5.2	240	6.1	249	6.5
K	258	5.3	259	4.9	290	4.2	300	5.1	315	5.8
Mg	188	1.7	181	2.2	215	2.4	230	1.9	238	2.1
P	112	3.1	118	2.9	130	3.3	140	4.1	146	4.6
Si	569	3.2	448	3.9	575	4.9	660	4.5	718	4.7
Ti	187	5.3	187	4.9	207	5.5	210	6.7	210	7.1

/U

Suspensões > Aplicações > Resultados



71