



**MILESTONE**  
H E L P I N G  
C H E M I S T S

# Pense Branco

O analista precisa “pensar branco”. Ele precisa estar ciente dos efeitos do branco em cada passo do procedimento analítico. Ele precisa perguntar para si mesmo “Se eu fizer isso, como afetará meu branco ?”

(T. Murphy, The role of analytical blank in accurate trace analysis)

# Linha de Química Limpa

---

“O branco analítico pode ser considerado o “calcanhar de Aquiles” na análise de elementos traço. O branco analítico é simplesmente a contaminação causada por elementos e compostos sendo determinados de todas as fontes externas à amostra. Métodos modernos tem baixado o limite de determinações de elementos traços para ppb baixo para muitos elementos mas a inabilidade em controlar o branco analítico leva a sérios problemas de precisão desses métodos.”

T. Murphy, The role of analytical blank in accurate trace analysis, in: P.D. LaFleur (Ed.), National Bureau of Standards Special Publication 422: Accuracy in Trace Analysis: Sampling, Sample Handling, and Analysis, National Bureau of Standards, Gaithersburg, Maryland, 1976, pp. 509-539.

A linha de Química Limpa da Milestone possui um portfólio completo e inovador de sistemas e acessórios para reduzir e controlar o branco analítico em análise elementar de ultra-traços.

Há uma consciência crescente de que o preparo de amostras deve evoluir para os mesmos padrões das técnicas analíticas mais modernas, como o ICP-MS, e há uma série de fatores que podem impactar criticamente a qualidade dos dados:

- a pureza dos reagentes
- a limpeza do material em contato com a amostra
- o método de preparo da amostra

Cada um desses fatores está relacionado com a redução e controle do branco analítico. Para tratar essa questão, a Milestone desenvolveu uma abrangente linha de produtos e acessórios com o objetivo de reduzir e controlar o branco analítico, complementando perfeitamente os sistemas de digestão por radiação micro-ondas ETHOS UP e ETHOS EASY.

## **DUOPUR**

Sistema de quartzo de destilação sub-boiling

## **SUBCLEAN**

Sistema de PTFE de destilação sub-boiling

## **TRACECLEAN**

Sistema de PTFE de limpeza por vapor ácido para materiais de PTFE, quartzo e vidro

## **INSERTOS PARA ULTRA TRAÇOS**

Acessórios de TFM e quartzo para preparo de amostras em sistema de micro-ondas



traceCLEAN

duoPUR

subCLEAN



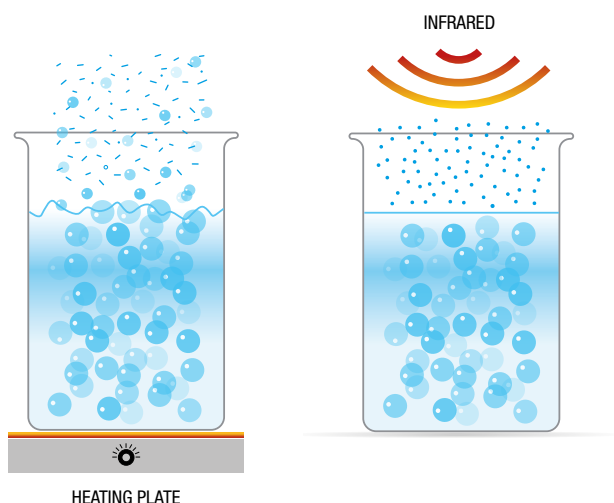
# duoPUR

“No preparo de reagentes de alta pureza há apenas uma escolha significativa e prática para o método de purificação: destilação sub-boiling”

US EPA SW-846, Capítulo 3, Atualização IVB.

## TECNOLOGIA SUB-BOILING

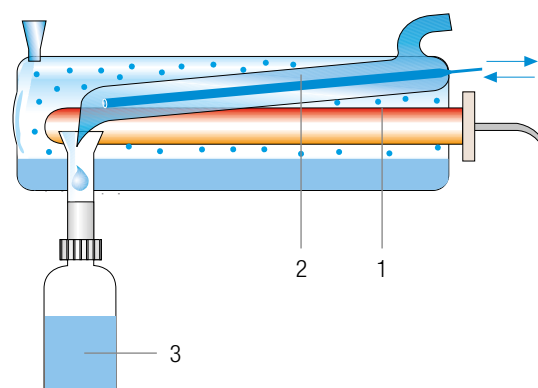
Os reagentes químicos usados durante a análise são uma fonte importante do branco analítico. A destilação sub-boiling demonstrou ser o melhor método de purificação de ácido. Ela usa lâmpadas de infravermelho sem contato para vaporizar a superfície do líquido em uma temperatura normalmente 20°C abaixo do ponto de ebulição. Na destilação convencional a forte ação de ebulição gera partículas de aerossol que contaminam o ácido destilado com o ácido original. Já na destilação sub-boiling a evaporação suave da superfície durante o processo de aquecimento evita a formação de gotículas, levando à produção de ácidos.



*Sub-boiling vs tecnologia convencional*

## SISTEMA DE SUB-BOILING DE QUARTZO

O DuoPUR consiste em duas unidades de destilação de quartzo. Cada unidade contém dois elementos de aquecimento infravermelho (1), um Condensador refrigerado a água (2), uma garrafa de coleta de PFA de alta pureza (3) e um sistema de preenchimento e drenagem de ácidos completamente automático. O líquido vaporizado é coletado sobre o condensador refrigerado a água inclinado e goteja na garrafa de coleta. O processo de destilação é controlado por microprocessador, permitindo que o usuário defina o tempo e a potência usando um terminal de controle compacto. A tela do terminal é sensível ao toque, full-color, brilhante e de fácil leitura. A taxa de destilação varia de 50 a 400 mL por hora, dependendo da configuração de potência e da temperatura da água de resfriamento.



*Esquema do DuoPUR*

- 90% de economia com custos de ácidos ultra-puros através da purificação de ácidos de baixo custo
- Alta produtividade, até 400 mL por hora (duoPUR) e até 60 mL por hora (subCLEAN) On-demand acid purification
- Purificação ácida sob demanda
- Re-purificação de ácidos contaminados

# subCLEAN

## QUALIDADE TÍPICA DO SUB-BOILING

Elemento	Destilação simples	Destilação dupla
Ag	<46	<1,5
Al	<557	<147
As	<3	<0,9
Ba	<25	<3,5
Ca	<900	<157
Cd	<8,1	<1,8
Co	<6	<1
Cr	<118	<4,6
Cu	<58	<21
Fe	<1.000	<210
Mg	<195	<42
Mn	<9,7	<2,1
Mo	<7,1	<0,4
Ni	<155	<23
Pb	<10	<2,5
Sb	<6,1	<0,5
Se	<3,9	<1,2
Sn	<22	<9,1
Ti	<59	<8,1
V	<51	<11
Zn	<261	<49

## SISTEMA DE SUB-BOILING DE PTFE

O sistema de destilação sub-boiling SubCLEAN da Milestone é compacto e de fácil manuseio, no qual todas as partes em contato com ácidos é feita de fluoropolímeros de alta pureza. Essa característica faz com que o subCLEAN seja adequado para a purificação de HF, assim como para HNO<sub>3</sub> e HCl. O ácido é carregado automaticamente para o reservatório de destilação, onde é aquecido suavemente em temperatura abaixo de seu ponto de ebulição. Todo o processo de destilação é controlado por microprocessador, permitindo que o usuário defina o tempo e a potência usando um terminal de controle compacto. A tela do terminal é sensível ao toque, full-collor, brilhante e de fácil leitura. O subCLEAN não requer água refrigerada ou chiller, uma vez que o vapor ácido rapidamente condensa na garrafa de coleta através de ar forçado.

Ácido nítrico, todas as concentrações em pg/g (ppt).

Concentrações expressas em limites superiores de 99% de limite de confiança do resultado medido (n=4).

*On-Demand Production of High-Purity Acids in the Analytical Laboratory. Robert Richter, Dirk Link and H.M. (Skip) Kingston.*

*Spectroscopy, Volume 15, Number 1, Pages 38-40, January 2000.*



# traceCLEAN

## SISTEMA DE LIMPEZA DE VAPOR DE ÁCIDO

A limpeza de vários itens utilizados no trabalho de análise de elementos ultra-traço tem uma importância crítica na rotina do laboratório. Para minimizar a contaminação, os métodos de limpeza tradicionais requerem lavagem por imersão com ácido quente, muitas vezes por várias horas. Para serem eficazes grandes volumes de ácido são consumidos e precisam ser trocados regularmente. Existe também um risco substancial de exposição a ácidos quentes e vapores ácidos usando técnicas tradicionais de imersão. Para resolver essas questões, a Milestone desenvolveu o traceCLEAN, um sistema totalmente automatizado de limpeza por vapor ácido para descontaminação de vidrarias e acessórios utilizados em análises de elementos traço. Coloque os itens a serem limpos no sistema traceCLEAN, programe o tempo e a temperatura necessários, então pressione "Iniciar".

Os vapores de ácido recém-distilados refluxarão continuamente dentro da unidade selada, lixiviando completamente qualquer contaminante metálico dos itens. Vários suportes estão disponíveis para frascos, vasos de digestão de micro-ondas, vidrarias e acessórios ICP-MS.

- Rápido, conveniente e totalmente automatizado
- Melhor qualidade de limpeza das suas peças de TFM, vidro e quartzo
- Acessório perfeito para seu sistema de digestão com micro-onda
- Nenhuma exposição do operador aos vapores ácidos



Elemento	Limpeza por micro-ondas	Limpeza pelo traceCLEAN
Al	287 ± 46	258 ± 24
Cd	<72	<72
Co	<56	<56
Cr	<85	<85
Cu	144 ± 39	117 ± 12
Fe	<474	<474
Mg	289 ± 22	232 ± 15
Na	<121	<121
Ni	<55	<55
Pb	<57	<57
Tl	<261	<261
Zn	995 ± 80	<876

Limpeza de microondas vs limpeza TraceCLEAN. Contaminação de elementos traço (pg/g, ppt) em 5% de HNO<sub>3</sub> de brancos preparados após a limpeza. A limpeza de microondas foi realizada a 180°C com uma mistura de HCl e HNO<sub>3</sub>.

A limpeza de traceCLEAN realizada com HNO<sub>3</sub>.  
*New Developments in Automated Cleaning of PTFE, Glass, and Quartz Components used in Ultra-Trace Analysis. Robert Richter. Spectroscopy, June 2001.*

# Insertos para ultra traços

“Para manter os níveis em branco tão baixos quanto possível, o analista deve ter cuidado ao manter o volume de reagentes ao mínimo”.

T. Murphy, The role of analytical blank in accurate trace analysis.

## FRASCO DENTRO DE FRASCO

As técnicas de digestão com radiação micro-ondas normalmente requerem um volume mínimo de reagentes de cerca de 5 mL para obter um monitoramento preciso da temperatura das condições da reação.

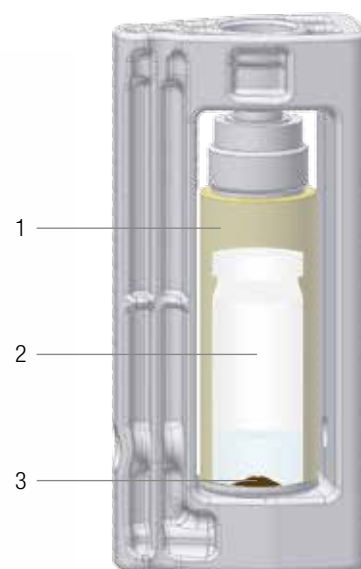
No entanto, às vezes é importante manter um fator de diluição muito baixo, particularmente quando se trabalha em concentrações próximas ao limite de detecção do método. Isso levou o Milestone a desenvolver uma tecnologia “frasco dentro do frasco”. Essa tecnologia usa um frasco secundário menor (1) dentro do frasco principal do micro-ondas (2). O frasco secundário contém a amostra e os reagentes de digestão (3), enquanto os frascos principais contêm a solução na qual ocorre o controle de temperatura. Esta configuração reduz a quantidade de ácido necessária para a digestão,

diminuindo o fator de diluição e aumentando o limite de detecção. A Milestone disponibiliza uma variedade de insertos em diferentes materiais (Quartzo ou TFM) e com diferentes tamanhos e formas, afim de cumprir todos os requisitos da aplicação.

- Menos volume de ácido
- Maior quantidade de amostra
- Fator de diluição mais baixo
- Aumento do limite de detecção do método
- Menos contaminação superficial



ETHOS UP



Esquema do frasco dentro de frasco

## AJUDANDO QUÍMICOS

A Milestone atua desde 1988 no campo do preparo da amostra por micro-ondas. Com mais de 20000 instrumentos instalados em todo o mundo, somos líderes da indústria na tecnologia de micro-ondas. A visão da Milestone é ajudar os químicos fornecendo a instrumentação mais avançada tecnicamente para pesquisa e controle de qualidade. Nossos produtos oferecem uma ampla gama de aplicações, como digestão ácida com micro-ondas, extração por solvente, síntese e combustão. Além disso, criamos produtos para purificação de ácido e determinação direta de mercúrio em amostras sólidas, líquidas e gasosas. Oferecemos aos nossos clientes o mais alto nível de suporte, criando ao longo dos anos um relacionamento baseado em confiança e compromisso.



**MILESTONE**



HELPING  
CHEMISTS

UNI EN ISO 9001: 2008  
CERTIFIED

MILESTONE Srl - Via Fatebenefratelli, 1/5 - 24010 Sorisole (BG) - Italy  
Tel: +39 035 573857 - Fax: +39 035 575498  
www.milestonesrl.com - email: analytical@milestonesrl.com

MILESTONE INC. - 25 Controls Drive - Shelton, CT 06484 - USA  
Tel: (203) 925-4240 - Toll-free: (866) 995-5100 - Fax: (203) 925-4241  
www.milestonesci.com - email: mwave@milestonesci.com

MILESTONE GENERAL K.K. - KSP, 3-2-1, Sakado - Takatsu-Ku,  
Kawasaki 213-0012 - Japan - Tel: +81 (0)44 850 3811 - Fax: +81 (0)44 819 3036  
www.milestone-general.com - email: info@milestone-general.com

MLS GmbH - Auenweg 37 D-88299 Leutkirch im Allgau - Germany  
Tel: +49 (0)7561 9818-0 - Fax: +49 (0)7561 9818-12  
www.mls-mikrowellen.de - email: mws@mls-mikrowellen.de