

<b>Procedimento Operacional</b>		
<b>Regulamento do Serviço ICP</b>		
<b>Revisão 05 de 30/10/15</b>	<b>Emissão: Coordenador da Qualidade</b>	<b>DQ.PO.016</b>

# Regulamento do Serviço de ICP

<b>Elaborado</b> <i>Dra. Joana Coimbra</i>	<b>Aprovado</b> <i>Prof. Eduarda Pereira</i>
---	---

ÍNDICE

1	FINALIDADE.....	3
2	ÂMBITO.....	3
3	DEFINIÇÕES E ABREVIATURAS.....	3
4	DESCRIÇÃO.....	3
5	DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA.....	7
6	HISTÓRICO DE ALTERAÇÕES.....	7
7	ANEXOS.....	14

## 1 Finalidade

É objetivo deste procedimento descrever as condições de funcionamento do Serviço de ICP, nomeadamente a forma de submissão de amostras e custos associados.

## 2 Âmbito

Este procedimento aplica-se ao Serviço de ICP do LCA.

## 3 Definições e abreviaturas

**Analito:** Elemento a determinar

**ICP:** Inductively Coupled Plasma

**ICP-MS:** Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

**ICP-OES:** Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy

**MC:** Material de controlo

**MRC:** Material de referência certificado

**LCA:** Laboratório Central de Análises

## 4 Descrição

O Serviço de ICP do Laboratório Central de Análises dispõe de um ICP-MS e de um ICP-OES, apoiados por laboratórios devidamente equipados para efetuar a preparação e análise de amostras de diversas naturezas.

Sempre que um particular ou empresa não fique satisfeito com a prestação de serviços do LCA ou que outra situação o desagrade de alguma outra forma, deverá comunica-lo por mail, telefone, carta ou pessoalmente. O LCA registará obrigatoriamente a reclamação e serão desencadeados os mecanismos previstos para o tratamento de reclamações. O cliente será informado preferencialmente por mail (ou em reunião, apenas se o cliente assim o exigir) sobre a metodologia para o tratamento da reclamação, informações sobre o decorrer do tratamento da reclamação e a conclusão da reclamação (procedente ou não procedente).

### 4.1 Sobre as amostras

O LCA tem em vigor um procedimento de tratamento de não conformidades (DQ.PSQ.005) no qual se prevê que duplicados de todas as amostras analisadas sejam guardados durante um período de 15 dias a fim de permitirem uma “contra-análise”, caso uma eventual reclamação de um cliente assim o justifique. Se a quantidade de amostra entregue não respeitar o mínimo exigido, este procedimento fica inviabilizado. O LCA nunca efetuará contra-análises em novas amostras fornecidas pelo cliente.

O Serviço de ICP está apto para efetuar análises de elementos numa grande variedade de matrizes, sólidas ou líquidas, orgânicas ou inorgânicas. As condições da entrega das amostras dependem largamente da natureza da matriz:

### 4.1.1 Águas e soluções aquosas

As amostras deste tipo devem ser preservadas em meio ácido, considerando as especificidades de cada elemento que se pretende analisar. O período máximo de conservação das amostras acidificadas de águas naturais e de consumo humano é de 6 meses. As amostras devem apresentar-se límpidas e homogêneas, sem precipitados, coloides ou matéria em suspensão. Os limites de quantificação para os elementos inseridos no âmbito da acreditação para análise em águas para consumo e águas naturais constam no Anexo I. Para outros elementos fora do âmbito da acreditação o cliente deve solicitar informação ao LCA. O volume mínimo de amostra recomendado é de 30 mL embora possam ser acordados volumes inferiores.

### 4.1.2 Líquidos e soluções orgânicas

As amostras líquidas não aquosas e soluções orgânicas devem ser homogêneas e não conter qualquer matéria em suspensão.

O volume mínimo recomendado é de 5 mL embora possam ser acordados volumes inferiores.

### 4.1.3 Amostras sólidas

As amostras sólidas devem ser previamente moídas e devem-se apresentar perfeitamente homogêneas. Os limites de quantificação para os elementos inseridos no âmbito da acreditação para análise em solos constam do Anexo I. Para outros elementos e matrizes fora do âmbito da acreditação o cliente deve solicitar informação ao LCA. A quantidade mínima recomendada para solos, sedimentos e rochas é de 2 g e para materiais de síntese é de 40 mg, embora possam ser acordadas massas inferiores.

### 4.1.4 Outras Amostras

Para a análise de outras matrizes contactar previamente o LCA.

## 4.2 Digestão e preparação prévia das amostras

O método de digestão, se necessário, será escolhido pelo cliente, de entre um conjunto de metodologias adotadas no Laboratório, tendo em conta o conhecimento prévio da amostra.

O cliente pode indicar previamente um método específico a utilizar, sendo da sua responsabilidade a respetiva qualidade.

Caso nenhum dos métodos *standard* em uso no Laboratório seja adequado a uma amostra específica, nem haja por parte do cliente qualquer sugestão de método alternativo, pode o Laboratório estudar e implementar um novo método de tratamento, em condições a acordar com o cliente, caso a caso.

As amostras poderão exigir uma diluição prévia para garantir a sua adequação à gama de trabalho definida, sendo a diluição cobrada como preparação da amostra.

### 4.3 Procedimento analítico, controlo de qualidade e resultados

#### 4.3.1 Procedimento analítico *standard*

As tabelas de preços baseiam-se num procedimento *standard* que contempla:

- ✓ Calibração com um mínimo de 5 soluções padrão, de acordo com a gama de trabalho pré-definida
- ✓ Análise de duplicados, sempre que a quantidade de amostra o permita (pelo menos um duplicado por cada conjunto de 20 amostras)
- ✓ No caso de amostras sólidas duplicados de preparação de por cada conjunto de 20 amostras
- ✓ Análise de brancos ao longo da análise

Os custos da análise são calculados em função do número de amostras e de elementos solicitados. Nos anexos III e IV são apresentados em forma de matiz, os custos da análise para clientes externos e internos, respetivamente.

#### 4.3.2 A análise qualitativa global

A análise qualitativa global da amostra permite obter uma informação sobre todos os elementos presentes e a sua quantificação aproximada.

#### 4.3.3 Utilização de Materiais de Referência Certificados (MRC's) e Materiais de Controlo (MC's)

Para controlo de todo o processo de preparação das amostras e análise o Laboratório usa, por rotina, e quando disponíveis, Materiais de Referência Certificados (MRC's), cujos resultados não são, por norma, comunicados ao cliente.

Para controlo do processo instrumental são utilizados Materiais de Controlo (MC's) cujos resultados também não são comunicados ao cliente.

O cliente poderá ter acesso aos resultados dos MRC's e MC's, caso o solicite, sendo cobrada, em cada caso, a análise de uma amostra suplementar, de acordo com o Anexo II.

Dada a grande diversidade de matrizes que nos são submetidas para análise, o LCA não pode garantir a disponibilidade de MRC's para todas elas.

#### 4.3.4 Tratamento de resultados

Por norma não são fornecidos aos clientes os seguintes resultados:

- ✓ Brancos
- ✓ Calibrações
- ✓ Duplicados
- ✓ Ensaios de recuperações

- ✓ Materiais de referência certificados (MRC's)
- ✓ Materiais de controlo (MC's)
- ✓ Desvio padrão relativo das três leituras consecutivas efetuadas pelo equipamento
- ✓ Cálculo das incertezas

Todos estes dados poderão ser fornecidos, nas condições expressas no Anexo II.

#### 4.4 Submissão de amostras e prazos de entrega

As amostras a submeter para análise devem ser entregues ao balcão do LCA e devem respeitar rigorosamente o estabelecido neste regulamento.

As amostras são acompanhadas por uma requisição tipo do Serviço ICP (Mod.PSQ.003.02).

Não serão aceites quaisquer amostras que não sejam acompanhadas desta requisição devidamente preenchida.

Amostras cujo acondicionamento ofereça dúvidas sobre o seu estado de conservação serão recusadas.

As tabelas de preços em vigor (Anexo III e IV) apresentam o valor a pagar para um máximo de amostras de 20 e de 15 elementos. Para agrupamentos ou “lotes de amostras” com maior dimensão serão feitos orçamentos.

Entende-se por “lote de amostras” um conjunto de amostras com:

- a) a mesma matriz
- b) os mesmos elementos
- c) o mesmo processo de digestão

Caso sejam incluídas numa mesma requisição amostras que não respeitem algum destes critérios, o Laboratório reserva-se o direito de a subdividir da forma que entender mais adequada.

O laboratório tem um tempo de resposta médio de quinze dias úteis para requisições com um número de amostras igual ou inferior a 10 no caso de amostras que exijam digestão, ou para um número de 50 amostras de leitura direta.

Poderão ser praticados tempos de resposta inferiores, de acordo com as sobretaxas estabelecidas no Anexo II.

Para requisições com um grande número de amostras ou com métodos de digestão e análise mais elaborados os prazos de resposta deverão ser acordados, caso a caso, com o Laboratório.

O prazo de resposta será sempre contabilizado a partir do primeiro dia útil imediatamente a seguir à entrega de todo o processo (amostras e requisição) no LCA.

O Relatório de Ensaio será enviado no prazo acordado, em formato *pdf*, por correio eletrónico. Uma cópia em papel poderá ser enviada posteriormente, por correio, se o cliente assim o solicitar.

## 4.5 Reclamações

O Laboratório tem implementado procedimentos de tratamento internos, nomeadamente, o procedimento de Tratamento de Reclamações (DQ.PSQ.004) e de Tratamento de Trabalho Não Conforme (DQ.PSQ.004), visando garantir o rigor do trabalho e a qualidade analítica dos resultados apresentados.

## 5 Documentos de Referência

- NP EN ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração
- OGC 001 - Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025

## 6 Histórico de Alterações

Revisão	Data	Alterações Efetuadas	Justificação
00	09/09/10		EMISSÃO
01	06/01/12	Título: “Serviço e política de preços para o serviço ICP” SUBSTITUÍDO por “Regulamento do Serviço ICP”	Revisão
01	06/01/12	1. Finalidade “É objectivo deste procedimento apresentar os diferenciados serviços, condições de entrega das amostras, preparação das amostras, análise, preços entre outros.” SUBSTITUÍDO por “É objectivo deste procedimento descrever as condições de funcionamento do Serviço ICP, nomeadamente a forma de submissão de amostras e custos associados.”	Revisão
01	06/01/12	3. Definições e Abreviaturas Analito: “Elemento a determinar” SUBSTITUÍDO por “Elemento(s) a ser(em) determinado(s).”	Revisão
01	06/01/12	3. Definições e Abreviaturas... “C.Q.: Controlo de qualidade, conjunto de acções destinadas a assegurar que o procedimento de	Revisão

## Regulamento do Serviço ICP

		<p>análise se encontra sob controlo.</p> <p><b>cps:</b> Contagens por segundo.” – ELIMINADO</p>	
01	06/01/12	<p>3. Definições e Abreviaturas...</p> <p>MC: “Material de controlo.” – SUBSTITUÍDO por “Materiais certificados.”</p>	Revisão
01	06/01/12	<p>4. Descrição</p> <p>“O Serviço ICP do Laboratório Central de Análises dispõe de um ICP-MS e de um ICP-OES, apoiados por laboratórios devidamente equipados para efectuar a preparação de amostras de diversas naturezas.” - INTRODUZIDO</p>	Revisão
01	06/01/12	<p>4. Descrição...</p> <p>“4.1 Procedimento...orgânicas ou inorgânicas.” – SUBSTITUÍDO por “4.1 Sobre as amostras...natureza das amostras.”</p>	Revisão
01	06/01/12	<p>4. Descrição...</p> <p>“4.1.1. Sobre as amostras...fornecidas pelo cliente” – SUBSTITUÍDO por “4.1.1. Águas e soluções aquosas... Para a análise de outras matrizes contactar previamente o LCA.”</p>	Revisão
01	06/01/12	<p>4. Descrição...</p> <p>“4.1.2. Digestão e preparação prévia das amostras... Se a gama de concentrações assim determinada não se encontrar dentro da gama de trabalho, segue-se o procedimento previsto no ponto b).” – SUBSTITUÍDO por “4.2. Digestão e preparação prévia das amostras</p> <p>O método de digestão, se necessário... sendo a diluição cobrada como preparação da amostra.”</p>	Revisão
01	06/01/12	<p>4. Descrição...</p> <p>“4.1.3. Utilização de Materiais de Referência Certificados (MRC’s) e Materiais de Controlo (MC’s).” – SUBSTITUÍDO por “4.3.3. Utilização de Materiais de Referência Certificados (MRC’s) e Materiais de Controlo (MC’s).”</p>	Revisão



## Regulamento do Serviço ICP

01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.4. Utilização da Sala Limpa... sendo os custos imputados ao cliente.” – ELIMINADO	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.3. Procedimento analítico, controlo de qualidade e resultados” - INTRODUCIDO	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.5. Procedimento analítico standard... Análise de brancos ao longo da análise” – SUBSTITUÍDO por “4.3.1. Procedimento analítico standard... Nos anexos III e IV são apresentados em forma de matiz, os custos da análise para clientes externos e internos, respectivamente.”	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.6. Preparação de padrões “especiais”... com custo adicional.” – ELIMINADO	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.7. A análise qualitativa global” – SUBSTITUÍDO por “4.3.2. A análise qualitativa global”	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.8. Tratamento de resultados... nas condições expressas no Anexo II” ” – SUBSTITUÍDO por “4.3.4. Tratamento de resultados... expressas no Anexo II.”	Revisão
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.8.1. Incertezas... após aceitação do orçamento apresentado pelo LCA.” SUBSTITUÍDO por “4.3.4.1. Incertezas... resultados comunicados aos clientes”	Revisão
		4. Descrição... “4.1.9. Prazos de entrega ... Amostras cujo acondicionamento ofereça dúvidas sobre o seu estado de conservação serão recusadas.” –	

## Regulamento do Serviço ICP

		SUBSTITUÍDO por “4.4 Submissão de amostras e prazos de entrega... se o cliente assim o solicitar.”	
01	06/01/12	4. Descrição... “4.1.2. Reclamações ...Num segundo nível um procedimento “Tratamento de Reclamações” para aquelas situações em que o cliente entenda não ter tido uma resposta adequada no primeiro nível” – SUBSTITUÍDO por “4.5 Reclamações... visando garantir o rigor do trabalho e a qualidade analítica dos resultados apresentados.”	Revisão
01	06/01/12	7. Anexos Anexo I “Gamas de trabalho...melhores que esses valores” – SUBSTITUÍDO por “Limites de detecção em soluções aquosas...Zr 0,1”	Revisão
01	06/01/12	7. Anexos Anexo II - Preparação e resultados “Utilização da sala limpa ... Taxa de urgência máxima (dois dias úteis) 20 + 5.0/amostra” – SUBSTITUÍDO por “Análise dos vários elementos (excepto Hg)... Taxa de urgência máxima (dois dias úteis) 20 + 5.0/amostra”	Revisão
01	06/01/12	7. Anexos “Anexo III – Tabela de preços para clientes externos...”- INTRODUZIDO	Revisão
01	06/01/12	7. Anexos “Anexo IV – Tabela de preços para clientes internos...” - INTRODUZIDO	Revisão
02	21/12/12	4. Descrição... “Sempre que um particular ou empresa não fique satisfeito com a prestação de serviços do LCA ou que outra situação o desagrade de alguma outra forma, deverá comunicá-lo por mail, telefone, carta ou pessoalmente. O LCA registará obrigatoriamente a reclamação e serão	Auditoria externa

		desencadeados os mecanismos previstos para o tratamento de reclamações. O cliente será informado preferencialmente por mail (ou em reunião, apenas se o cliente assim o exigir) sobre a metodologia para o tratamento da reclamação, informações sobre o decorrer do tratamento da reclamação e a conclusão da reclamação (procedente ou não procedente). - INTRODUCIDO	
03	19/06/14	Documento Informatizado   Impressão Não Controlada -INTRODUZIDO	Revisão
03	19/06/14	4. Descrição... “4.1.1 Águas ... Os limites de quantificação para cada elemento nesta matriz constam no Anexo I” SUBSTITUÍDO por “4.1.1 Águas ... Os limites de quantificação para os elementos inseridos no âmbito da acreditação para análise em águas para consumo e águas naturais constam no Anexo I. Para outros elementos fora do âmbito da acreditação o cliente deve solicitar informação ao LCA.”	Revisão
03	19/06/14	4. Descrição... “4.1.3 Amostras sólidas ... Os limites de quantificação para os elementos inseridos no âmbito da acreditação para análise em solos constam do Anexo I. Para outros elementos e matrizes fora do âmbito da acreditação o cliente deve solicitar informação ao LCA.” - INTRODUCIDO	Revisão
03	19/06/14	4. Descrição... “4.2 Digestão ... e as informações fornecidas pelo cliente” – ELIMINADO	Revisão
03	19/06/14	4. Descrição... “4.3.4.1 Incertezas Na análise de águas de consumo o LCA inclui, por	Revisão

## Regulamento do Serviço ICP

		rotina, o cálculo das incertezas nos resultados comunicados aos clientes.” – ELIMINADO	
03	19/06/14	4. Descrição... “4.4 Submissão ... estabelecem condições mais favoráveis” SUBSTITUÍDO por “4.4 Submissão ... apresentam o valor a pagar para um máximo de amostras de 20 e de 15 elementos.”	Revisão
03	19/06/14	4. Descrição... “4.4 Submissão ... serão feitos orçamentos” - INTRODUZIDO	Revisão
03	19/06/14	7. Anexos “Anexo II – Preparação e resultados ... Análise ... Custo (em pontos) ... Análise ... A análise qualitativa global ... Preparação das amostras ... Result. dos MC’s: ... Result. dos MRC’s: ... Result. dos duplicados: ... Result. dos brancos: ... Result. de ensaios de recuperação: ... Result. das calibrações: ...” SUBSTITUÍDO por “Anexo II – Preparação e resultados ... Custo / amostra (€) ... Outras Análises ... Análise Qualitativa ... Preparação físico-química ... Resultados de MC (materiais certificados) ... Resultados de MRC (materiais de referência certificados) ... Resultados de brancos ... Resultados de duplicados ... Resultados de ensaios de recuperação ... Resultados das calibrações”	Revisão
03	19/06/14	Anexo I “Limites de deteção em soluções aquosas” SUBSTITUÍDO por “- Limites de quantificação para análise em águas dos elementos inseridos no âmbito da acreditação “ e “- Limites de quantificação para análise em solos dos elementos inseridos no âmbito da acreditação”	Revisão

## Regulamento do Serviço ICP

03	19/06/14	Anexo I Tabelas ALTERADAS	Revisão
03	19/06/14	Anexo II “Preparação e resultados” SUBSTITUÍDO por “Preços para preparação e envio de resultados extra”	Revisão
03	19/06/14	Anexo III ... (em euros) – INSERIDO	Revisão
03	19/06/14	Anexo III Tabela ALTERADA	Revisão
03	19/06/14	Anexo IV ... (em euros) – INSERIDO	Revisão
03	19/06/14	Anexo IV Tabela ALTERADA	Revisão
04	16/12/14	<b>4.1.1 Águas e soluções aquosas</b> .... O período máximo de conservação das amostras acidificadas de águas naturais e de consumo humano é de 6 meses... - INSERIDO	Auditoria Externa
05	30/10/2015	<b>Anexo I</b> Tabelas ALTERADAS	Revisão

## 7 Anexos

### Anexo I

- Limites de quantificação para análise em águas dos elementos inseridos no âmbito da acreditação

Elemento	$\mu\text{g/L}$
Cu	8
Pb	1
Cd	0,5
Cr	2
Mn	4
Ni	2
Zn	4
Al	10
Fe	10
Na	0,4 mg/L
Ca	0,4 mg/L
Mg	0,4 mg/L
Sb	0,5

- Limites de quantificação para análise em solos dos elementos inseridos no âmbito da acreditação

Elemento	$\mu\text{g/g}$
Cu	2
Pb	2
Cd	0,5
Co	0,5
Cr	4
Mn	2
Ni	4
Zn	2

## Anexo II – Preços para preparação e envio de resultados extra

Outras Análises	Custo/amostra (€)
Análise qualitativa	50.0

Preparação físico-química	Custo/amostra (€)
Secagem e inceneração	4.0
Digestão em placa	8.0
Digestão em micro-ondas	15.0
Diluição de amostras	1.0

Resultados adicionais	Custo/amostra (€)
Resultados de MC (materiais certificados)	Cada resultado é contabilizado como uma amostra adicional
Resultados de MRC (materiais de referência certificados)	
Resultados de brancos	
Resultados de duplicados	
Resultados de ensaios de recuperação	
Resultados das calibrações	
Desvio padrão relativo de 3 leituras	Acréscimo de 30% sobre o valor total da análise

Prazos de execução	Custo/amostra (€)
Taxa de urgência (cinco dias úteis)	10 + 1.5/amostra
Taxa de urgência máxima (dois dias úteis)	20 + 5.0/amostra

## Anexo III – Tabela de preços para clientes externos (em euros)

		Elementos														
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Amostras	1	25	48	70	90	110	129	146	163	180	195	210	224	238	251	263
	2	49	74	98	120	142	163	183	202	221	239	256	273	289	304	319
	3	72	98	124	149	173	196	219	240	261	282	301	320	339	357	374
	4	92	121	149	176	202	228	253	277	300	323	345	367	388	408	427
	5	111	142	172	201	230	258	285	312	338	363	388	411	435	457	479
	6	128	161	194	225	257	287	317	346	374	401	428	454	480	504	528
	7	144	179	214	248	282	314	347	378	408	438	467	496	523	550	576
	8	159	197	234	270	306	341	375	409	441	473	505	535	565	594	622
	9	173	213	252	290	328	366	402	438	473	507	540	573	605	635	666
	10	186	228	269	310	350	389	428	466	503	539	575	609	643	675	707
	11	198	242	285	328	371	412	453	493	532	570	607	644	679	714	748
	12	210	255	301	346	390	434	476	518	559	599	639	677	714	750	786
	13	220	268	316	362	409	454	499	543	586	627	668	708	747	786	823
	14	230	280	329	378	426	474	520	566	611	654	697	739	779	819	858
	15	240	291	343	393	443	493	541	588	635	680	724	768	810	851	891
	16	249	302	355	408	460	511	561	610	658	705	751	796	839	882	924
	17	257	312	367	422	475	528	579	630	680	728	776	822	867	912	955
	18	265	322	379	435	490	544	597	650	701	751	800	848	894	940	984
	19	273	331	390	447	504	560	615	668	721	773	823	872	920	967	1013
	20	280	340	400	459	517	575	631	686	741	793	845	896	945	993	1040



## Anexo IV - Tabela de preços para clientes internos (em euros)

		Elementos														
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Amostras	1	25	35	45	55	64	74	82	91	99	107	115	123	130	138	145
	2	43	55	67	78	90	100	111	121	131	140	150	159	168	176	185
	3	58	72	86	99	112	124	136	148	159	170	181	192	202	212	221
	4	71	87	102	117	132	146	159	172	185	197	210	221	233	244	255
	5	83	100	117	133	149	165	180	194	208	222	235	248	261	273	285
	6	93	112	130	148	165	182	198	214	229	244	258	273	286	299	312
	7	101	122	141	161	179	197	215	232	248	264	280	295	309	324	338
	8	109	131	152	172	192	211	230	248	265	282	299	315	330	346	360
	9	116	139	161	183	203	224	243	262	281	299	316	333	350	366	381
	10	122	146	170	192	214	235	256	276	295	314	332	350	367	384	400
	11	128	153	177	201	224	246	267	288	308	328	347	365	383	401	418
	12	133	159	184	209	232	255	278	299	320	340	360	380	398	416	434
	13	138	165	191	216	240	264	287	309	331	352	373	393	412	431	449
	14	142	170	197	223	248	272	296	319	341	363	384	405	425	444	463
	15	146	174	202	229	255	280	304	328	351	373	395	416	437	457	476
	16	150	179	207	235	261	287	312	336	360	383	405	427	448	468	488
	17	153	183	212	240	267	293	319	344	368	391	414	436	458	479	499
	18	156	187	216	245	273	300	326	351	376	400	423	445	467	489	510
	19	159	190	220	250	278	305	332	358	383	407	431	454	476	498	519
	20	162	193	224	254	283	311	338	364	390	414	439	462	485	507	529