

## Procedimentos de digestão

### Sedimentos

#### Condições de entrega de amostras:

Massa da amostra que o cliente deve entregar para preparar no LCA: 500 g (mínimo)

Massa da amostra que o cliente deve entregar no LCA já preparada: 2 g (mínimo)

#### Preparação da amostra no LCA:

- Secar ao ar
- Peneirar com um crivo de malha 2 mm e usar amostra peneirada
- Amostrar 25 g pelo Método de Quarteamento
  - 5 g para determinação de humidade (um duplicado para cada lote de amostra)
  - 20 g para moagem (Moinho de bolas de zircónia – 15 minutos duas amostras)
    - Das 20 g de amostra moída amostrar 200 mg para digestão ácida

#### Digestão ácida

- Método B *Total*
- Método C *Água-régia*

	Método B	Método C
Reagentes	6 mL HNO <sub>3</sub> + 3 mL HF	1 mL HNO <sub>3</sub> + 3 mL HCl
Programa micro-ondas	EPA 3051A: rampa de 5:30 minutos até aos 175 °C e um patamar de 4:30 minutos a 175 °C	
Volume de retoma	100 mL	100 mL

#### Exceções:

Elementos Hidrolisáveis (Si, Te, Ti, Ta, Hf, Ge, Zr, Nb, Mo, Sn, Sb e W) – Aplicável apenas o Método B

Terras raras e metais nobre (Re, Ru, Rh, Pd, Ag, Os, Ir, Pt e Au) - Aplicável apenas o Método C

#### Materiais de Referência usados pelo LCA no método:

Matriz	MRC
Sedimentos Marinhos	Mess-3

## Procedimentos de digestão

### Plantas

#### *Condições de entrega de amostras:*

Amostra deve ser entregue ao LCA seca ou liofilizada.

**Massa da amostra que o cliente deve entregar no LCA:** 200 mg (mínimo)

#### *Digestão ácida total:*

		Método
Massa da amostra	100 mg	
Reagentes	3 mL de HNO <sub>3</sub>	
Programa micro-ondas	Rampa de 10:00 minutos até aos 160 °C e um patamar de 5:30 minutos a 160 °C.	
Volume de retoma	100 mL	

**Exceção:** Para os Elementos Hidrolisáveis (Si, Te, Ti, Ta, Hf, Ge, Zr, Nb, Mo, Sn, Sb e W) adicionar 1 mL de HF

#### *Materiais de Referência usados pelo LCA no método:*

Matriz	MRC
Plantas	NCS DC73348

## Procedimentos de digestão

### Tecidos animais

#### *Condições de entrega de amostras:*

Amostra deve ser entregue ao LCA seca ou liofilizada.

**Massa da amostra que o cliente deve entregar no LCA:** 200 mg (mínimo) ou órgão inteiro

#### *Digestão ácida total:*

Método	
Massa da amostra	100 mg
Reagentes	Adicionar 2 mL de HNO <sub>3</sub>
Programa micro-ondas	Rampa de 10:00 minutos até aos 160 °C e um patamar de 5:30 minutos a 160 °C.
Ácidos	Adicionar 0,2 mL de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ( <i>esperar 15 minutos para que a reação no micro-ondas não seja tão violenta</i> )
Programa micro-ondas	Rampa de 10:00 minutos até aos 160 °C e um patamar de 5:30 minutos a 160 °C
Reagentes	Adicionar 0,2 mL de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ( <i>se continuar com sinais de reação repetir o programa de micro-ondas</i> ).
Se houver precipitado	Adicionar 0,1 mL de HF
Programa micro-ondas	Rampa de 10:00 minutos até aos 160 °C e um patamar de 5:30 minutos a 160 °C
Volume de retoma	100 mL

#### *Materiais de Referência usados pelo LCA no método:*

Matriz	MRC
Hepatopâncreas de lagosta	TORT-2
Galinha	NCS ZC73016
Cabelo Humano	BCR-397

## Procedimentos de digestão

### Filtros atmosféricos

#### *Condições de entrega de amostras:*

Amostra deve ser entregue ao LCA completa/inteira, isto é, o filtro mais as partículas retidas.

#### *Digestão ácida:*

- Método NIOSH 7300 *Parcial*
- Método EPA 29 *Total*

	Método NIOSH 7300	Método EPA 29
Reagentes	4 mL HNO <sub>3</sub> + 1 mL HClO <sub>4</sub>	6 mL NHO <sub>3</sub> + 3 mL HF
Programa micro-ondas	Rampa de 10:00 minutos até 140 °C e um patamar de 15:00 minutos a 140 °C	
Volume de retoma	100 mL	100 mL

#### *Exceções*

Método NIOSH 7300:

Elementos como Al, Be, Co, Cr, Li, Mn, Mo, V e Zr não solubilizam completamente através deste processo.

## Procedimentos de digestão

### Vidro

#### *Condições de entrega de amostras:*

**Massa da amostra que o cliente deve entregar no LCA:** 250 mg (mínimo)

#### *Digestão ácida total:*

<b>Método</b>	
<b>Massa da amostra</b>	50 mg
<b>Reagentes</b>	3 ml HF + 1 mL HNO <sub>3</sub>
<b>Aquecimento</b>	Placa a 200 °C
<b>Evaporação</b>	Até à secura
<b>Reagentes</b>	Retomar e adicionar 1 mL HNO <sub>3</sub> + 3 mL HCl
<b>Aquecimento</b>	Placa a 200 °C
<b>Evaporação</b>	Até 1 mL ( <i>verificar digestão completa</i> )
<b>Volume de retoma</b>	Em solução de HNO <sub>3</sub> (1%): <ul style="list-style-type: none"><li>• 250 mL para análise de componentes majoritários</li><li>• 25 mL para análise de componentes minoritários</li></ul>



## Procedimentos Técnicos

### Metais ou Ligas metálicas

#### *Condições de entrega de amostras:*

**Massa mínima de amostra que o cliente deve entregar no LCA:** 100 mg

*Amostra deve ser entregue ao LCA na forma de limalha ou de pequenas porções de 250 mg no máximo.*

#### *Digestão ácida total:*

		Método
Massa da amostra	50-250 mg	
Reagentes	2 mL HNO <sub>3</sub>	
Aquecimento	Deixar reagir; se necessário colocar em placa a 200 °C	
Volume de retoma	100 mL	