

## PROCEDIMENTO PARA LIGAR O LA-ICP-MS

1. Abrir todas as válvulas dos gases: Hélio 6.0, Nitrogênio 5.0 e Argônio líquido;



Hélio 6.0



Nitrogênio 5.0



Argônio

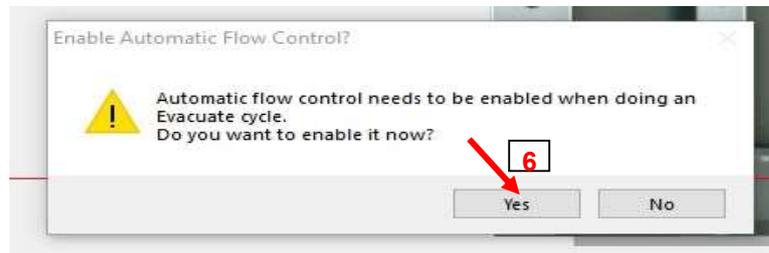
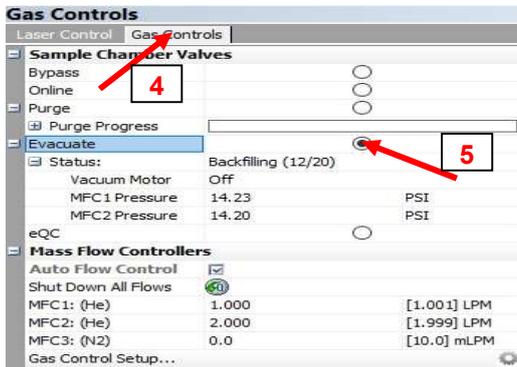
2. Se precisar trocar o mount, é a primeira coisa que deve ser feita;

### Monitor do Laser

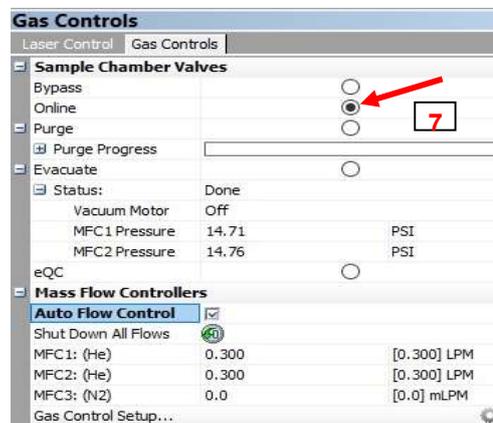
3. Abrir o programa Chromium 2.3;



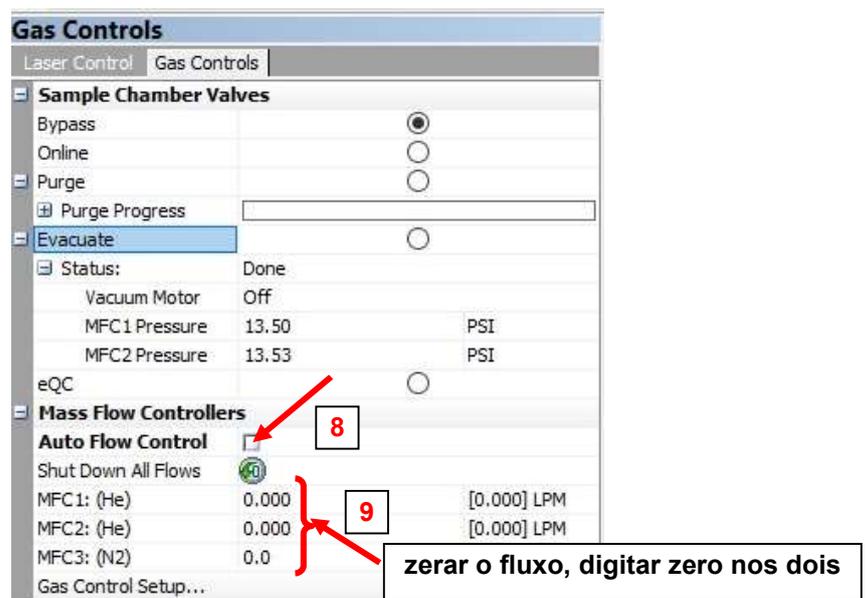
4. Clicar em gas controls;
5. Clicar em Evacuate;
6. Abrirá automaticamente uma janela: "Enable Automatic Flow Control", clicar em Yes;



7. Aguardar terminar todo o procedimento, até chegar em On line;

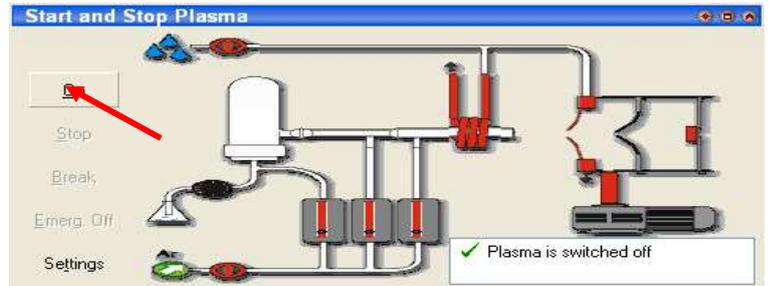


8. Desabilitar "Auto Flow Control";
9. Zerar o fluxo do gás manualmente:  
0.0 LPM MFC1(He)  
0.0 LPM MFC2(He);



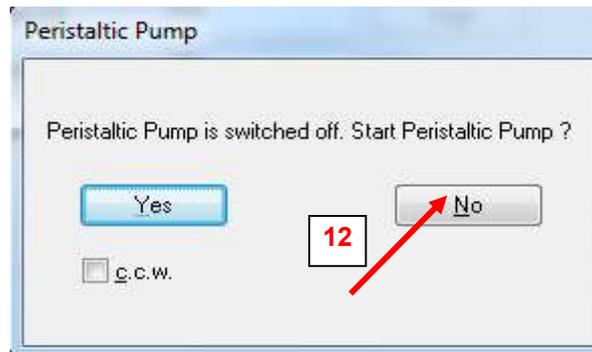
## Monitor do ICP-MS

10. Em "Start and Stop Plasma", clicar em "On";

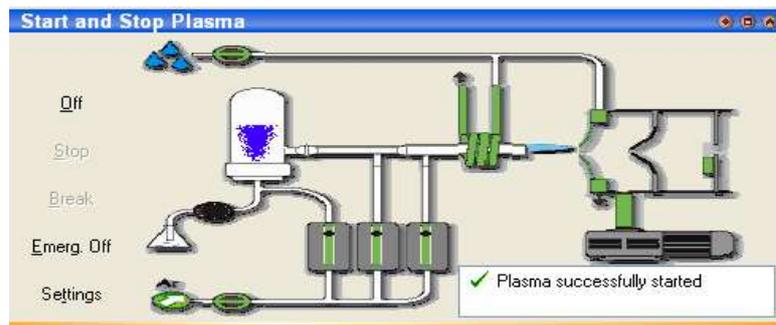


11. Abrirá a janela automaticamente: "Peristaltic Pump is switched off. Start Peristaltic Pump?";

12. Clicar em "No";

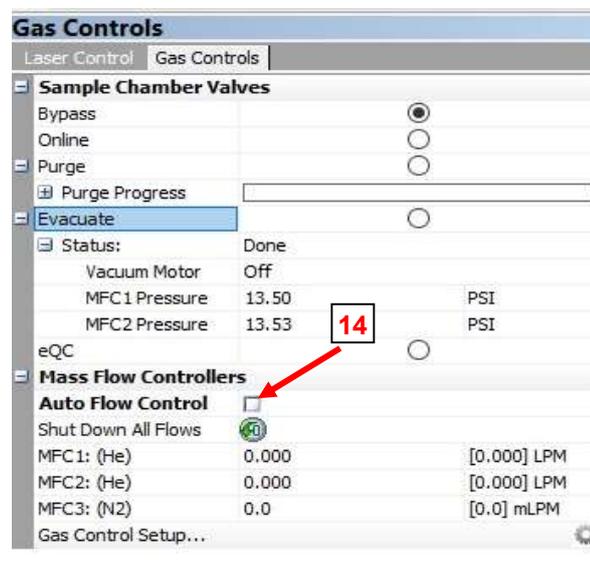


13. Aguardar todo o sistema ficar verde em "Start and Stop Plasma";



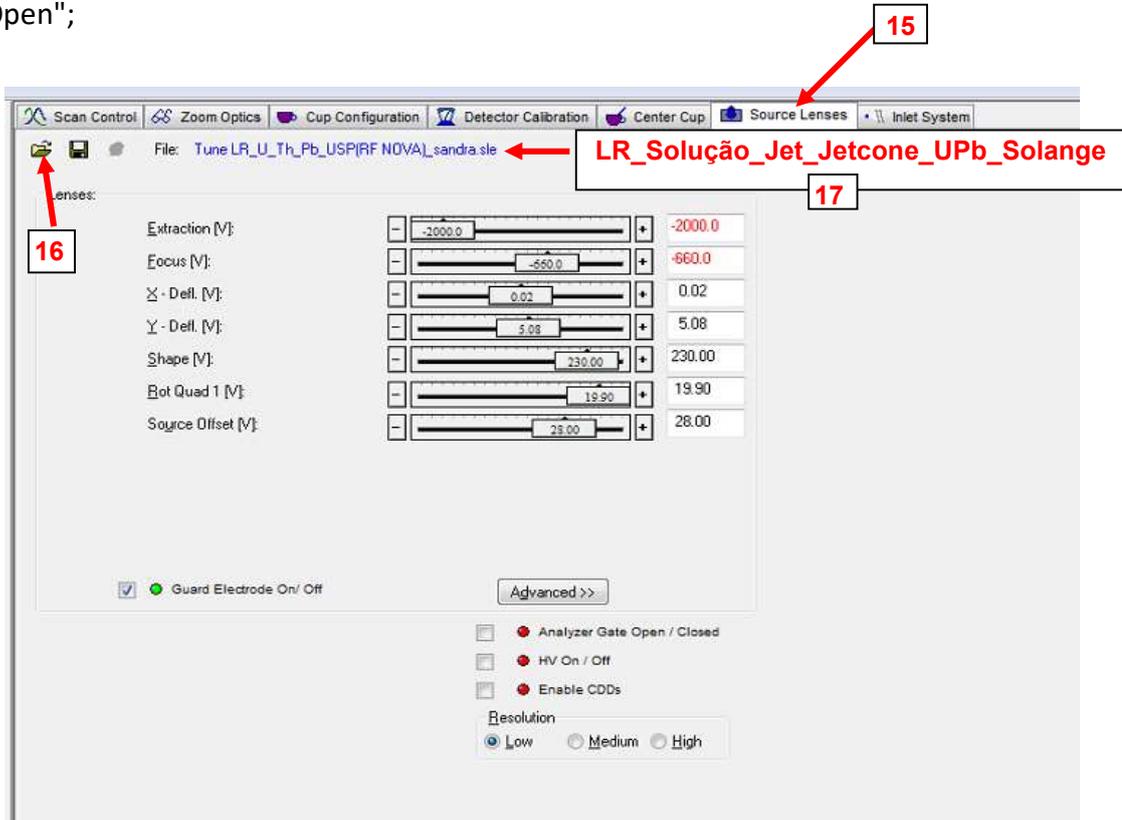
## Monitor do Laser

14. Habilitar o "Auto Flow Control";



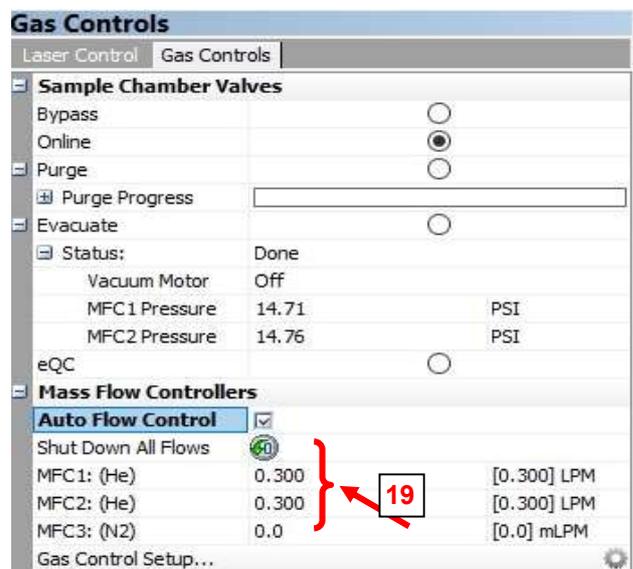
## Monitor do ICP-MS

15. Abrir a janela "Source Lenses";
16. Clicar em abrir pasta;
17. Clicar em "LR\_Solução\_Jet\_Jetcone\_Upb\_Solange";
18. Clicar em "Open";



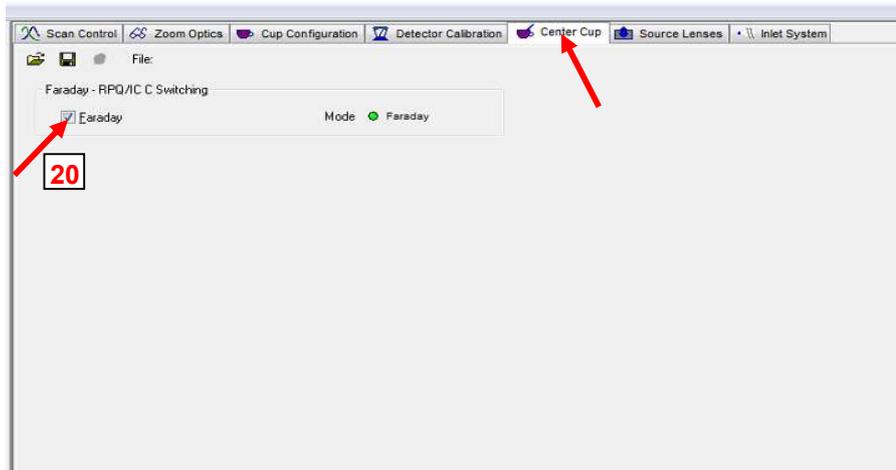
## Monitor do Laser

19. Aguardar o fluxo de Hélio no "Auto Flow Control" chegar 0.300 LPM MFC1 e 0.300 LPM MFC2;



## Monitor do ICP-MS

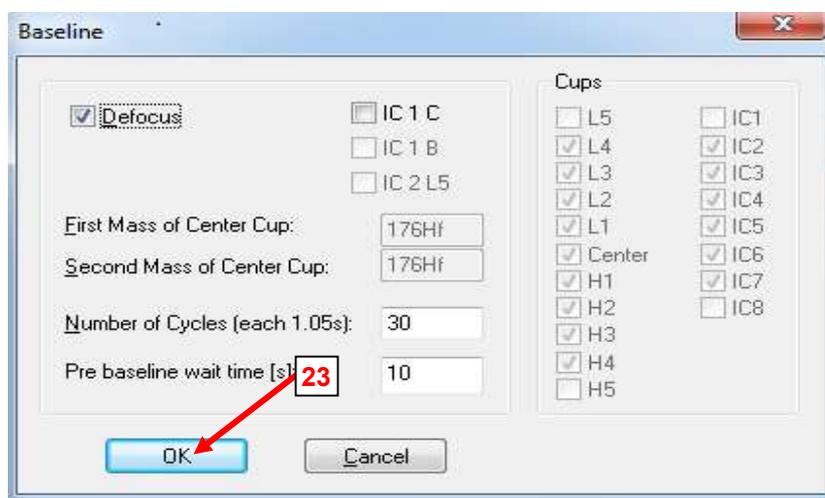
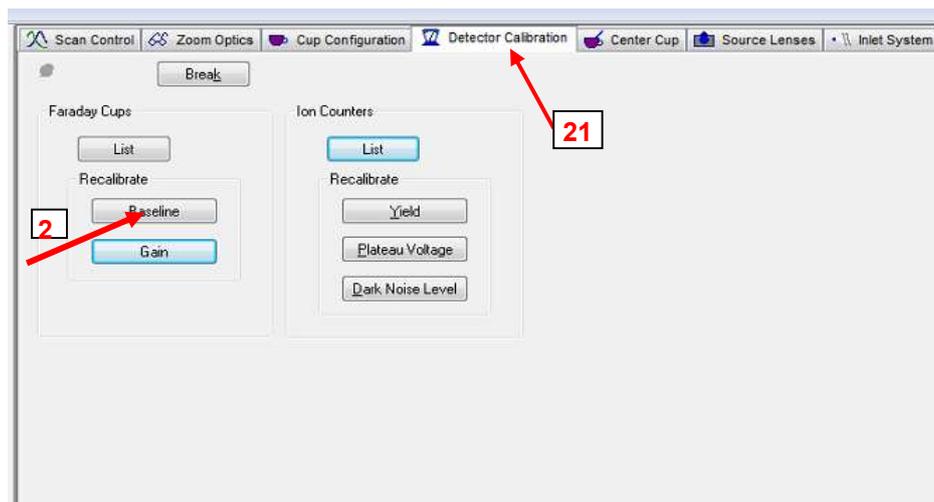
20. Abrir a janela "Center Cup" e verificar se o "Faraday" está habilitado, se não estiver habilite-o;



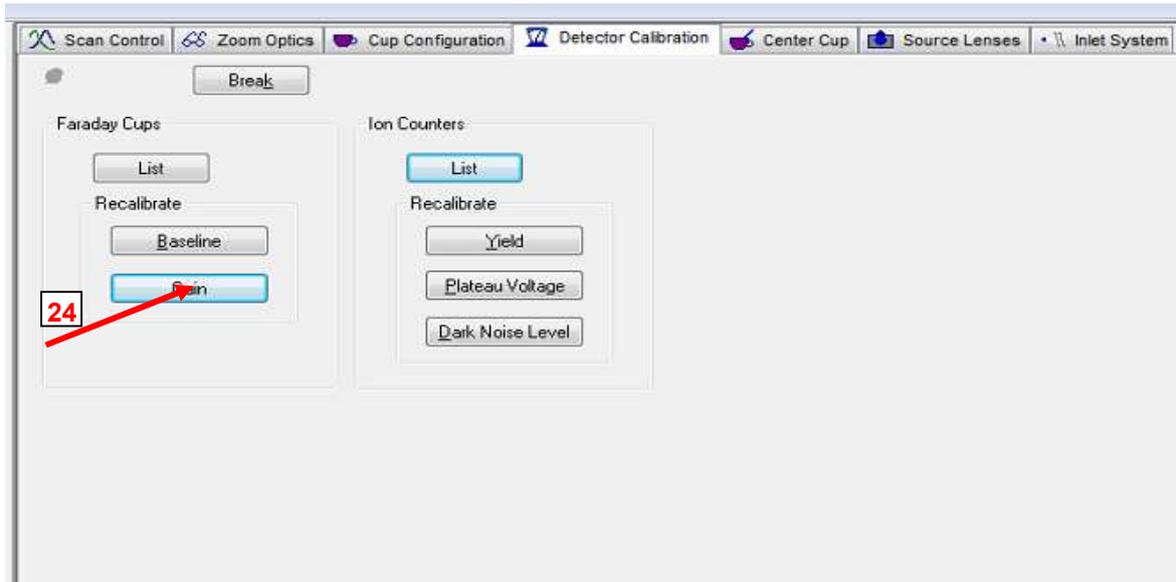
21. Abrir a janela "Detector Calibration";

22. Clicar em "Baseline";

23. Clicar em "Ok", esperar o aparelho terminar o procedimento do "Baseline" , a tecla ilumina novamente;

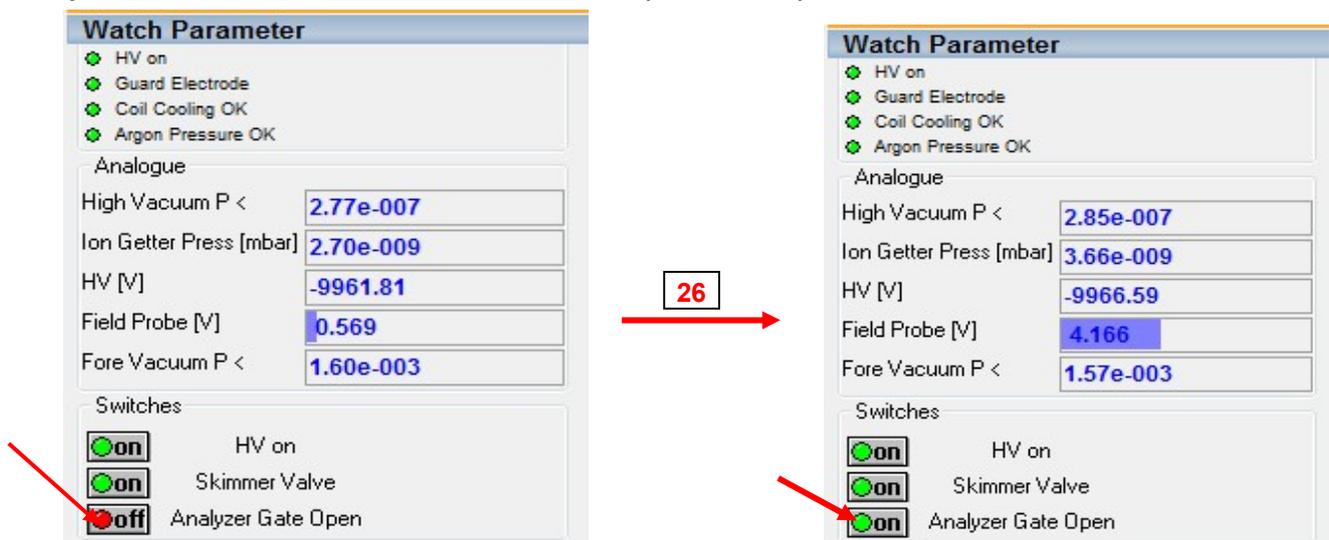


24. Clicar em "Gain";



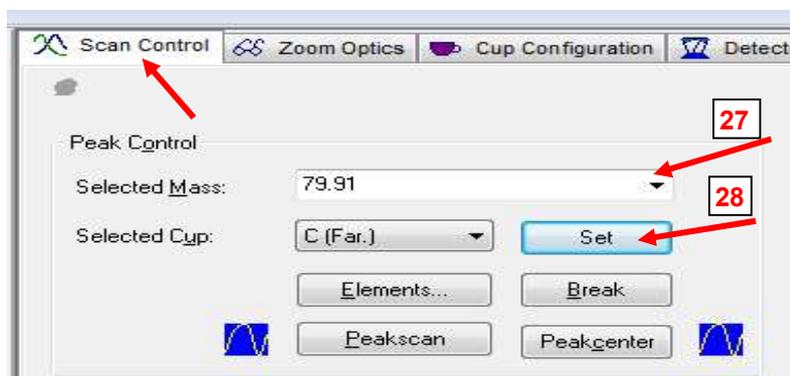
25. Aguardar o aparelho terminar o procedimento do "Gain" e iluminar novamente, leva ~10 minutos;

26. Ir na janela "Watch Parameter" e clicar em "Analyzer Gate Open", o led ficará verde;



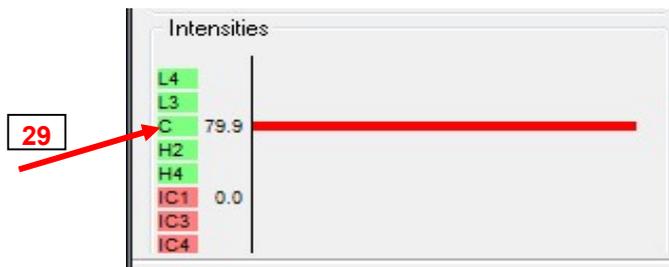
27. Ir na janela "Scan Control" - "Selected Mass" e selecionar a massa do Argônio: 79,.....

28. Clicar em "Set";



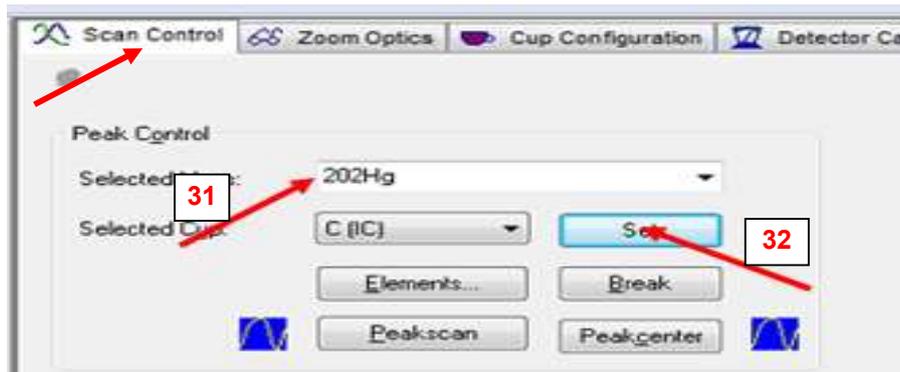
29. Ir na janela "Watch Parameter" - "Intensities", verificar a intensidade do Argônio;

30. Anotar a intensidade de Argônio no caderno, ela deve estar em aproximadamente 46V;



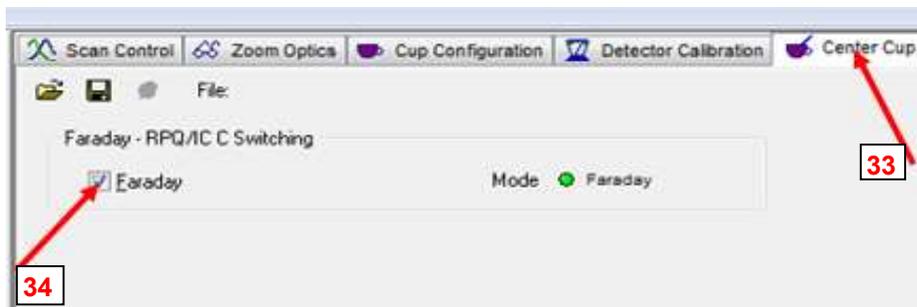
31. Voltar na janela "Scan Control" - "Selected Mass" e selecionar a massa 202 Hg;

32. Clicar em "Set";

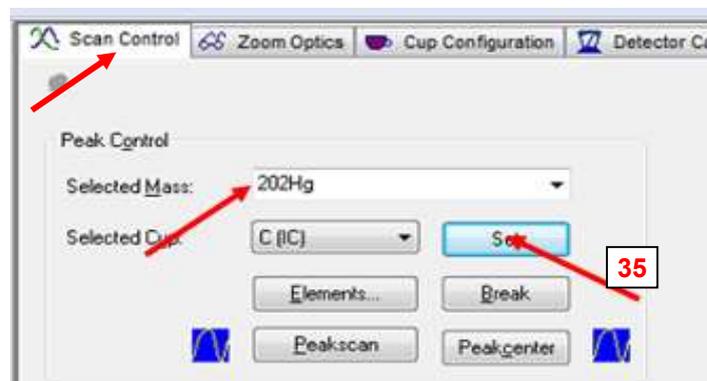


33. Abrir a janela: "Center Cup";

34. Desabilitar o "Faraday";



35. Voltar na janela "Scan Control" - "Selected Mass" e clicar em "Set";;



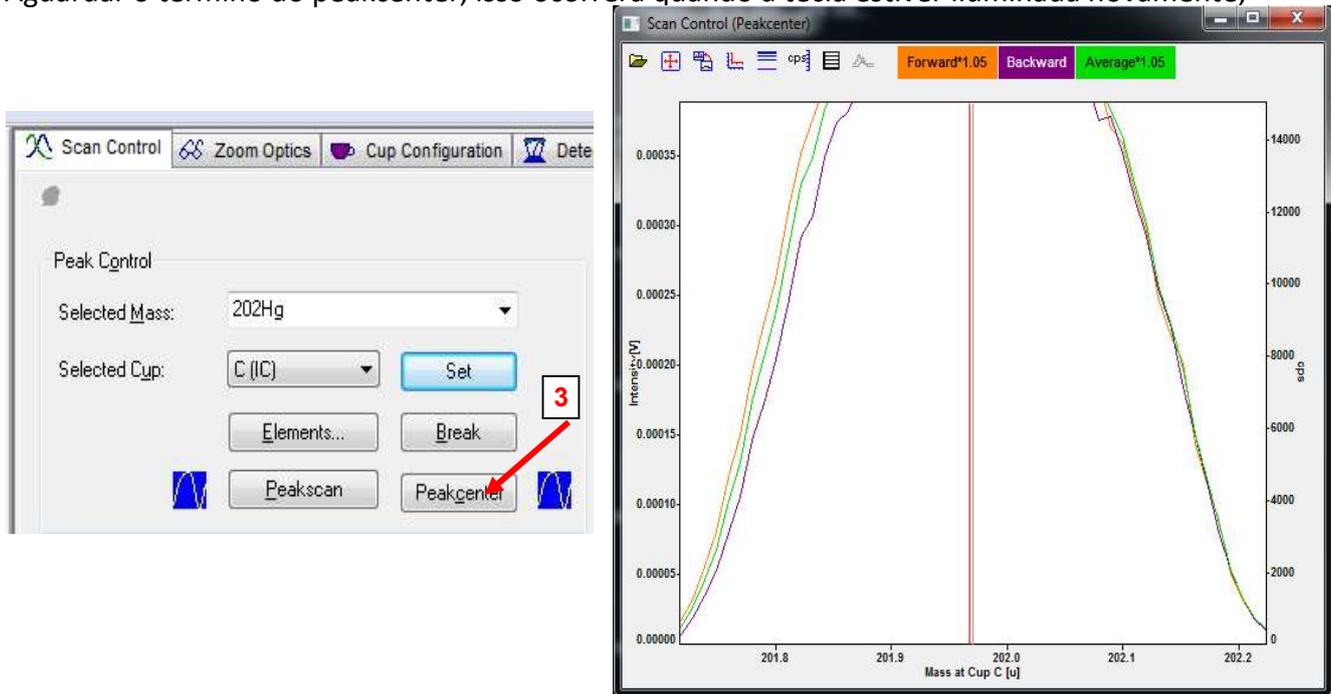
36. Voltar na janela "Watch Parameter" - "Intensities" e verificar a intensidade do 202 Hg;

37. Anotar no caderno a intensidade do 202 Hg; deve estar entre 5000 e 16000 cps aproximadamente;



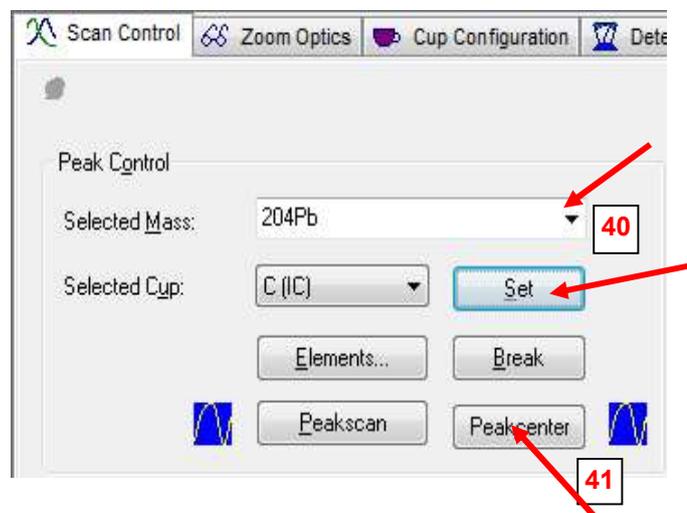
38. Voltar na janela "Scan Control" e clicar em "Peakcenter";

39. Aguardar o término do peakcenter, isso ocorrerá quando a tecla estiver iluminada novamente;



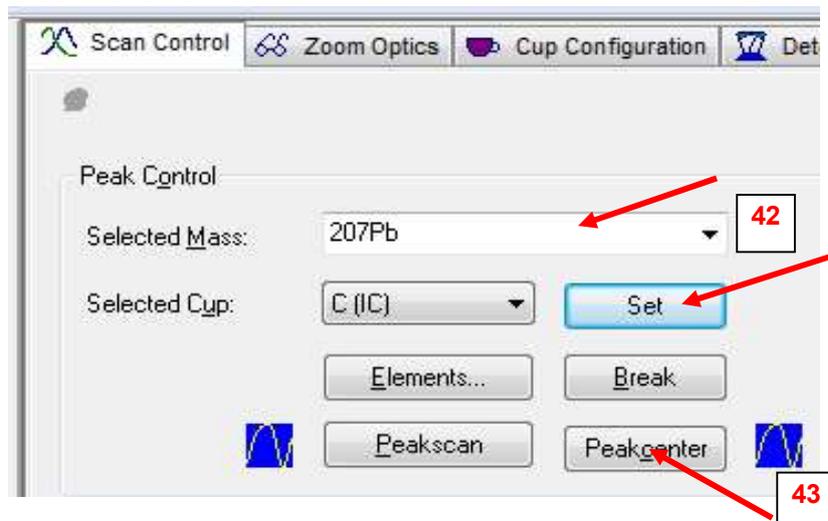
40. Selecionar a massa para 204Pb em "Selected Mass", clicar em "Set";

41. Clicar em "Peakcenter", aguardar o término do peakcenter ( tecla estiver iluminada novamente);



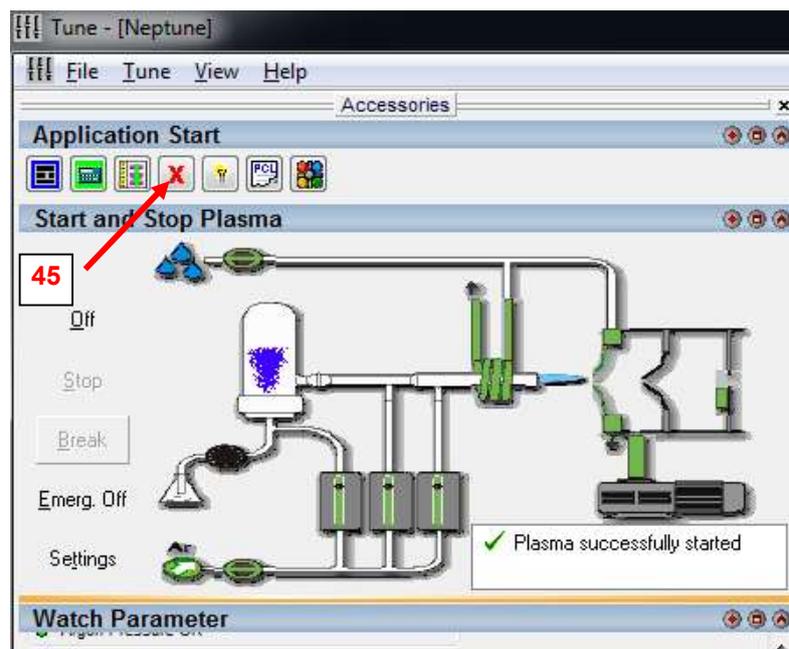
42. Selecionar a massa para 207Pb em "Selected Mass", clicar em "Set";

43. Clicar em "Peakcenter", aguardar o término do peakcenter ( tecla estiver iluminada novamente);



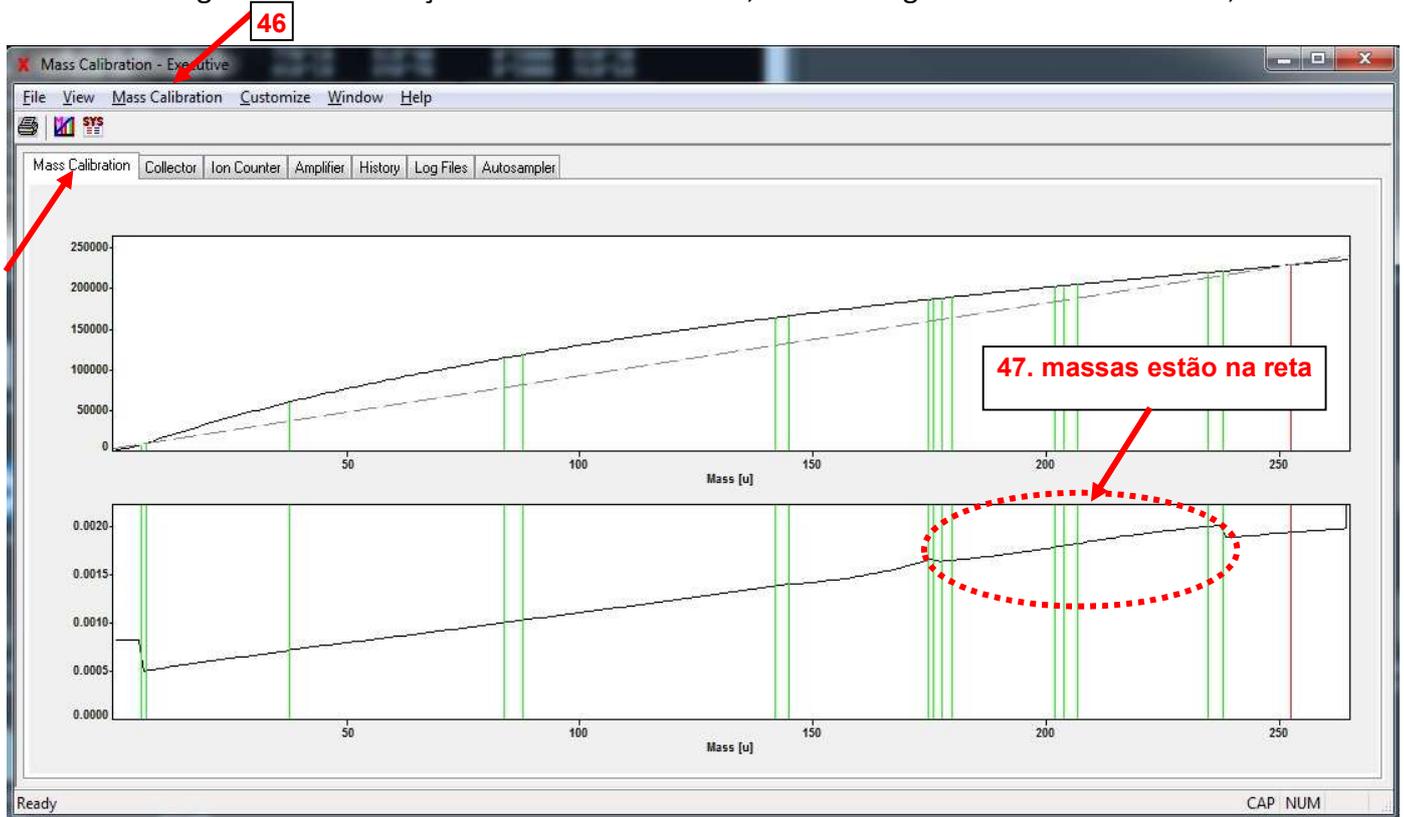
44. Ir na janela "Application Start";

45. Clicar no "X (Executive)";



46. Clicar na janela "Mass Calibration";

47. Verificar se o gráfico de calibração das massas está reto, ou se há alguma massa fora da reta;

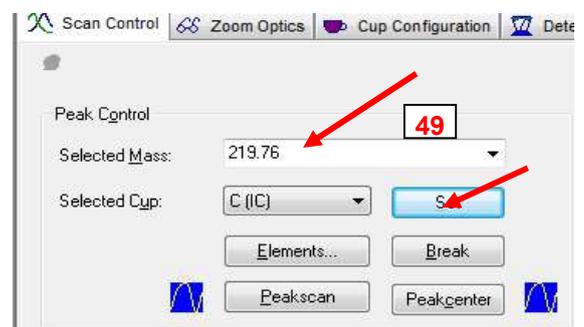


48. Verificar qual é a massa virtual no Cup Configuration, a massa virtual fica no Faraday central "C";

49. Selecionar a massa virtual (279,.....) em "Selected Mass" e clicar em "Set";

Cup Number	Species	Target [mm] CDD Defl.[V]	Actual Postion[mm]	Single Cup Positioning	Status In position
L4-IC2					
L4-IC3	202Hg				
L4-IC4	204Pb				
L4-IC5					
L4-F	206Pb	84.450	84.466	Set	Pos. OK
L3-IC6	207Pb				
L3-F	208Pb	68.430	68.413	Set	Pos. OK
L2-F		15.336	15.360	Set	Pos. OK
L1-F			6.520	Set	Pos. OK
IC1 C-F	219.76				
H1-F		6.861	54.862	Set	Undefined
H2-F	232Th	63.200	63.202	Set	Pos. OK
H3-F		30.801	93.411	Set	Undefined
H4-F	238U	104.150	104.130	Set	Pos. OK
H4-IC7					

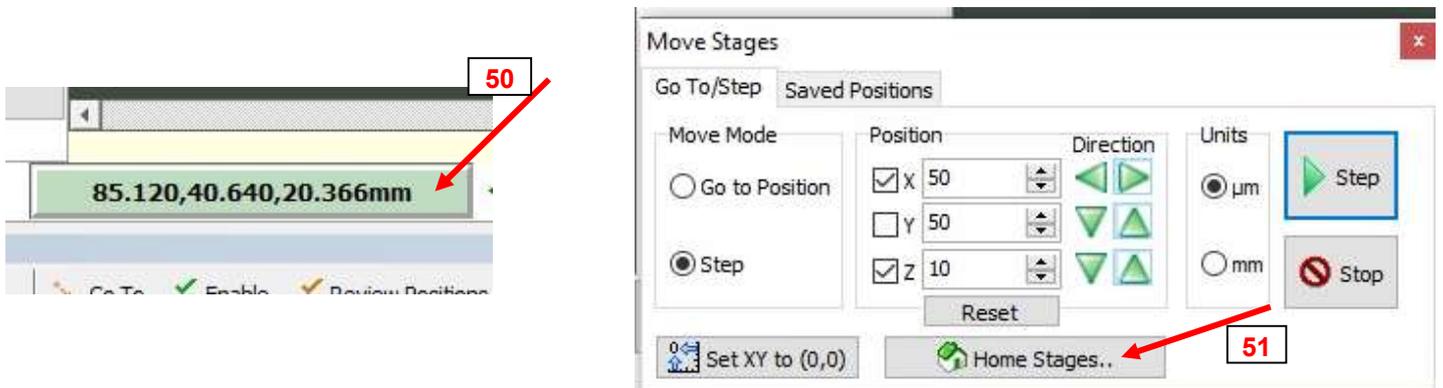
48



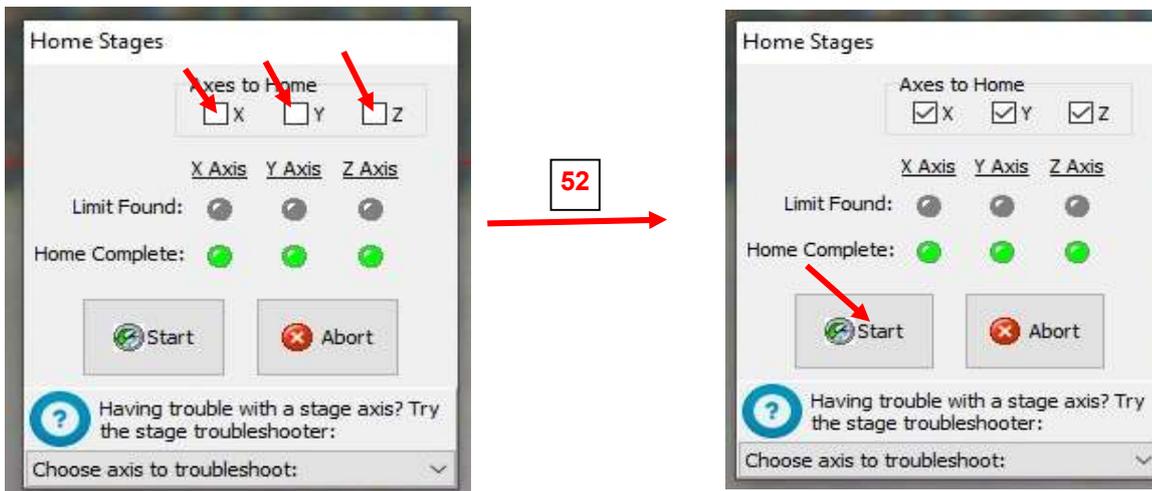
## Monitor do Laser

50. Calibrar as coordenadas do laser, clicar nas coordenadas, abrirá uma janela automaticamente "Move Stage

51. Clicar em "Home Stages";

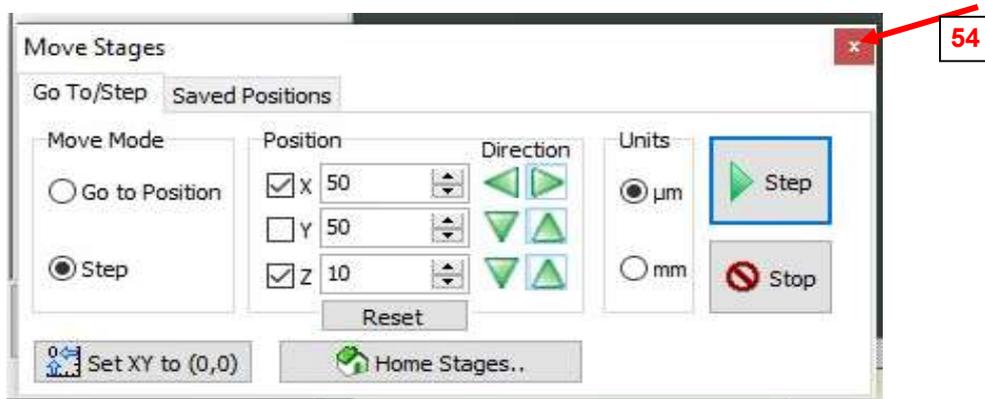


52. Abrirá uma janela "Home Stages"; clicar nas coordenadas: "X", "Y" e "Z" e em "Start";



53. Quando termina a calibração a janela "Home Stages" se fecha automaticamente;

54. Fica aberta apenas a "Move Stages", fechá-la no canto direito da janela;



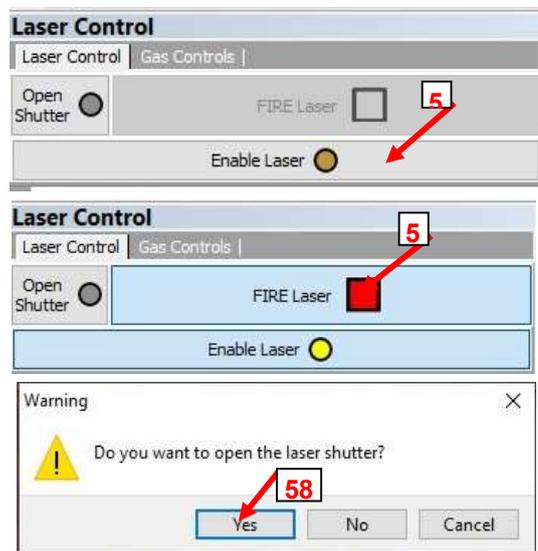
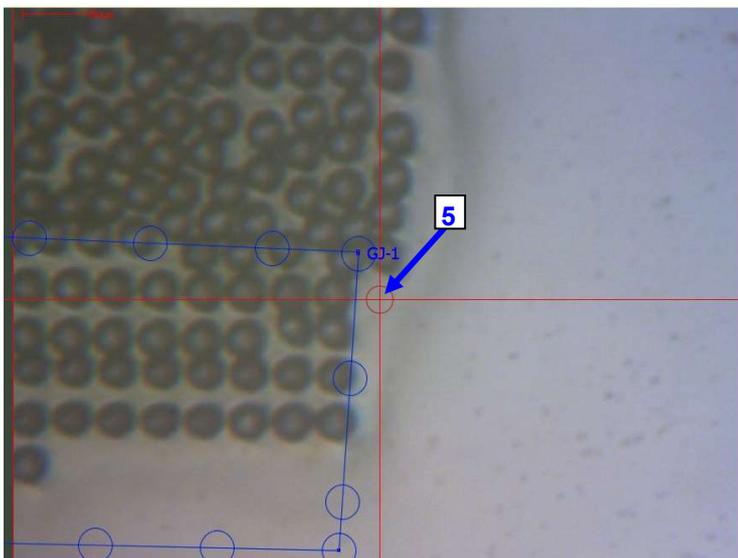
55. Posicionar o laser no Padrão GJ, ir na coordenada "GJ-1" e clicar em "Go To";

No.	Icons	Type	Description	Position
Default scan settings:				X, Y, Z
1			alinhamento braco	Go To: 82.615,84.895,20.124 <a href="#">Edit</a>
2			SENSOR	Go To: 74.130,11.380,20.277 <a href="#">Edit</a>
3			NIST-612	Go To: 61.910,57.050,20.247 <a href="#">Edit</a>
4			GJ-1	Go To: 85.778,40.984,20.375 <a href="#">Edit</a>
5			GRAN SLIP F50	Go To: 78.065,79.768,20.395 <a href="#">Edit</a>

56. Posicionar o "spot" em uma área limpa do GJ;

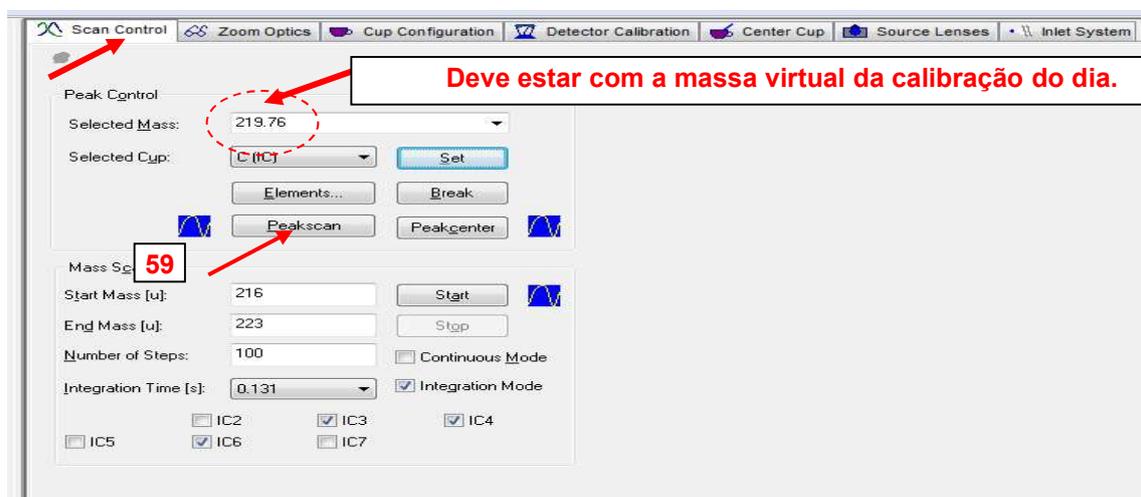
57. Ativar o laser e furar o padrão;

58. Abrirá uma janela com a pergunta: "Do you want to open the laser shutter?", clicar em "Yes";

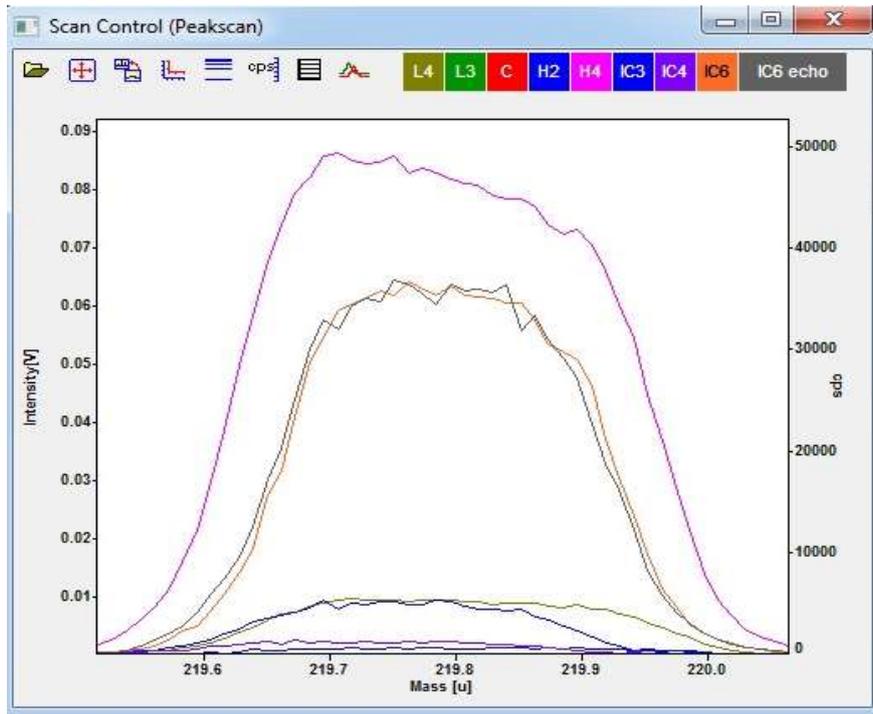


### Monitor do ICP-MS

59. Clicar em "Peakscan" na janela "Scan Control";



60. Aguardar o gráfico terminar com os picos dos isótopos do Pb e U, os mesmos devem estar centrados em relação a massa virtual, se não estiverem mudar a massa virtual até os picos ficarem centrados;



61. Para alterar o valor da massa virtual, deve-se alterar o valor na janela "Cup Configuration", salvar e na "Scan Control", fazer esse procedimento até os picos dos isótopos de Pb e U ficarem centrados em relação a massa virtual;

Cup Number	Species	Target [mm] CDD Defl.[V]	Actual Position[mm]	Single Cup Positioning	Status In position
L4-IC2					
L4-IC3	202Hg				
L4-IC4	204Pb				
L4-IC5					
L4-F	206Pb	84.450	84.466	Set	Pos. OK
L3-IC6	207Pb				
L3-F	208Pb	68.430	68.413	Set	Pos. OK
L2-F		15.336	15.360	Set	Pos. OK
L1-F		6.520	6.520	Set	Pos. OK
IC1 C-F		219.76			
H1-F		6.861	54.862	Set	Undefined
H2-F	232Th	63.200	63.202	Set	Pos. OK
H3-F		30.801	93.411	Set	Undefined
H4-F	238U	104.150	104.130	Set	Pos. OK
H4-IC7					

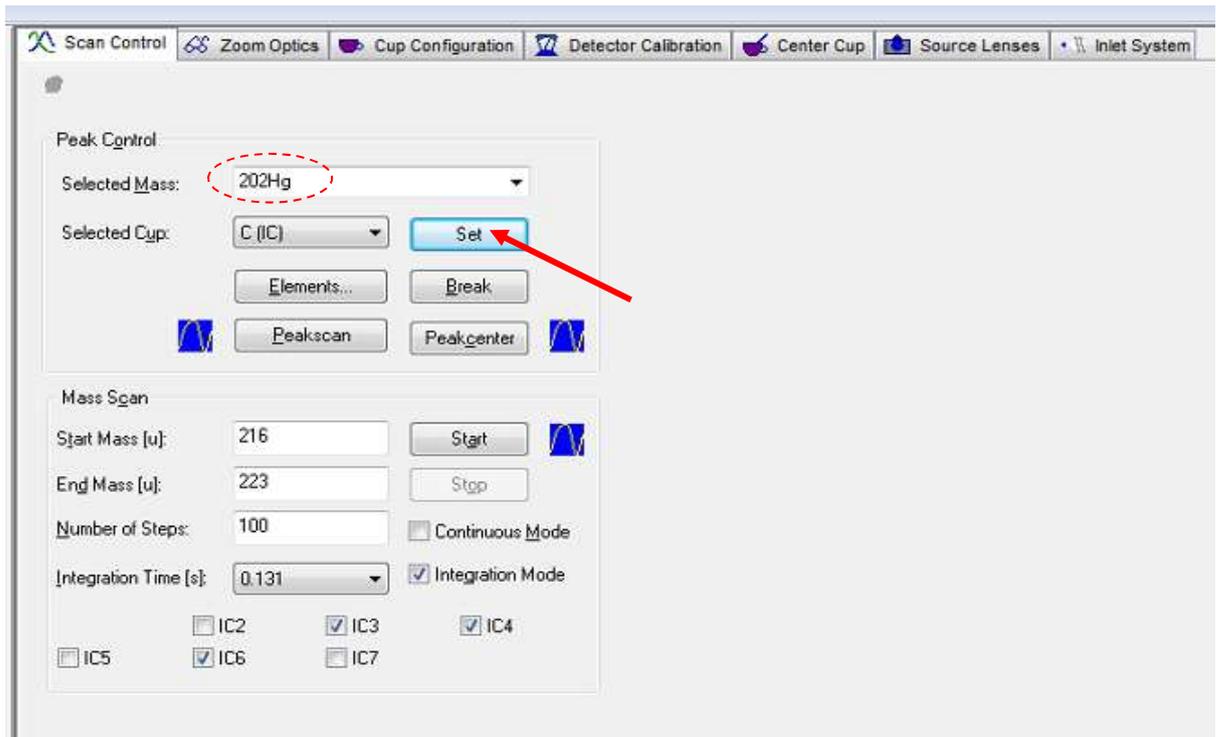
Peak Control

Selected Mass: 219.76

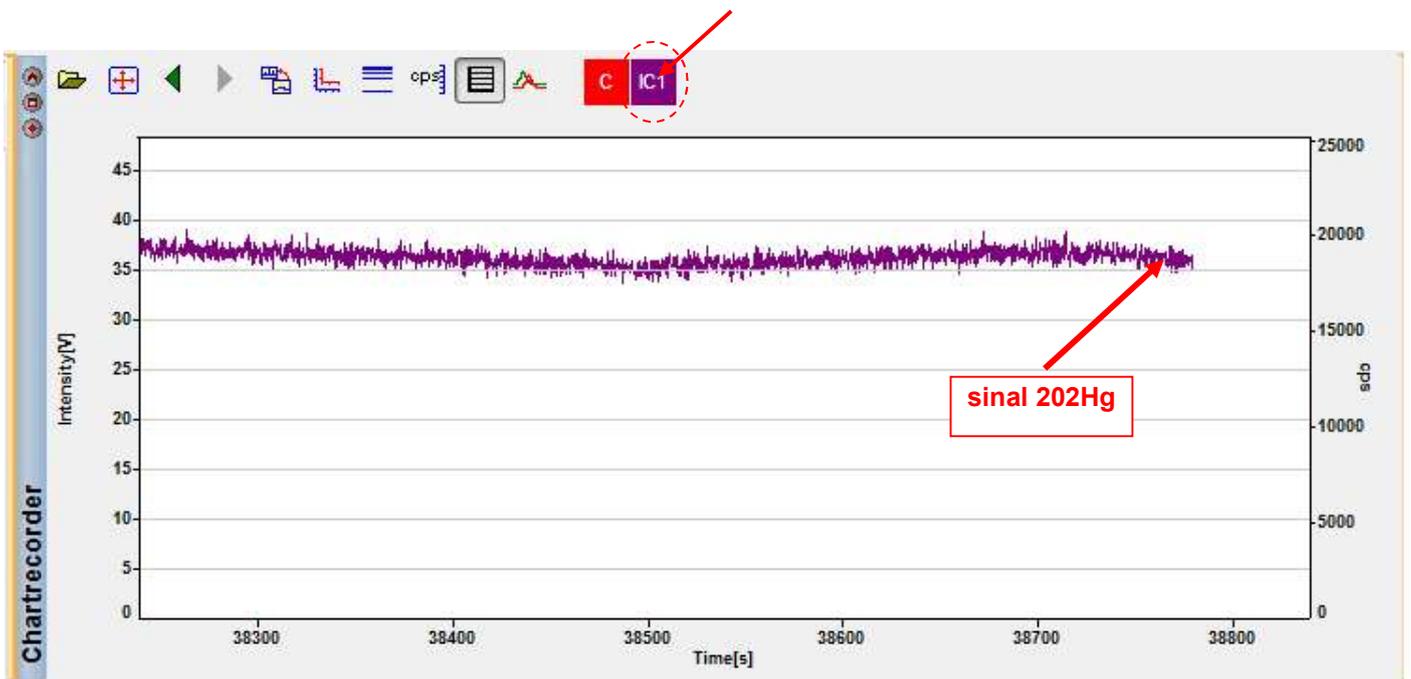
Selected Cup: C (IC) Set

Buttons: Elements..., Break, Peakscan, Peakcenter

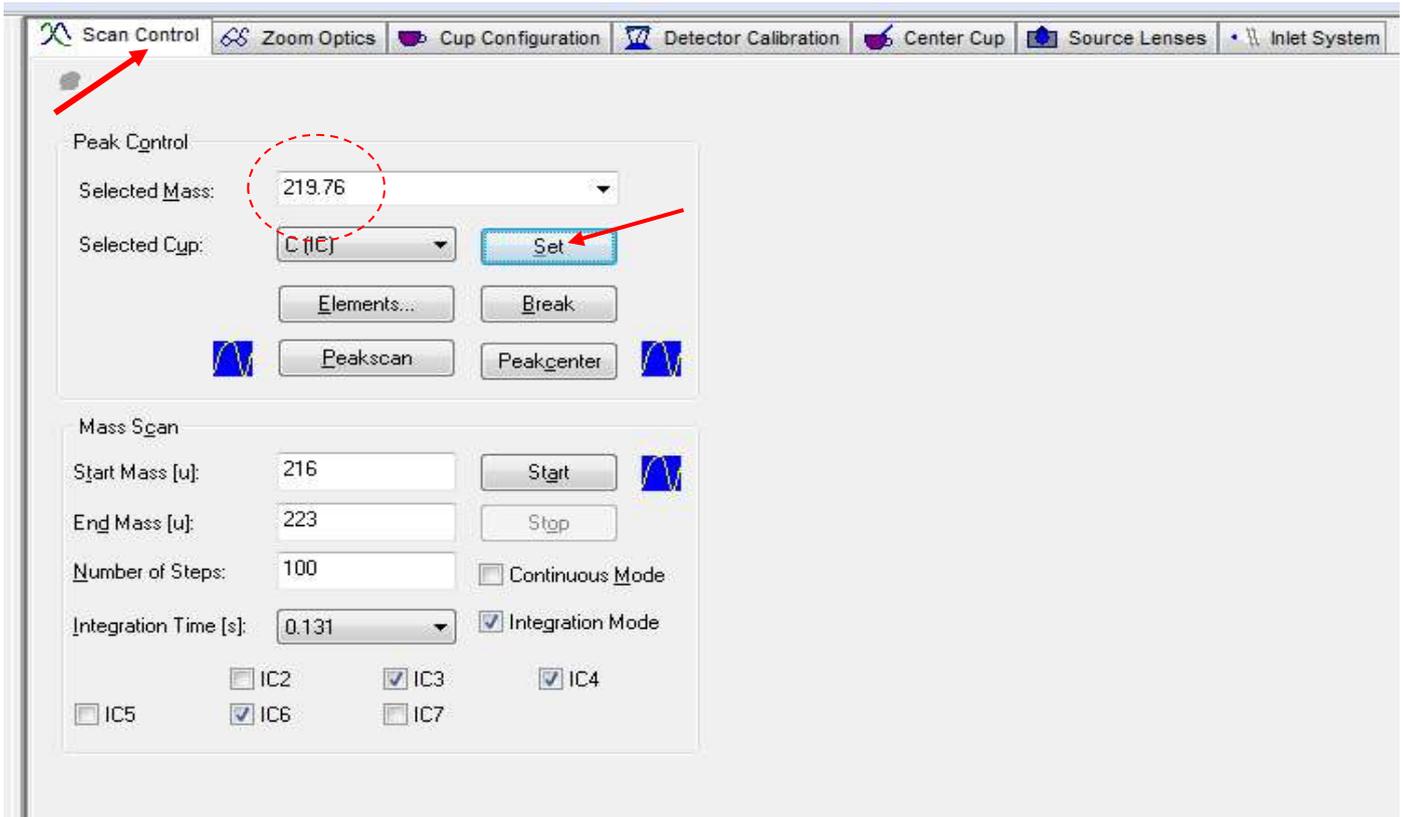
62. Para fazer ganho dos "MICs", colocar na massa 202Hg;



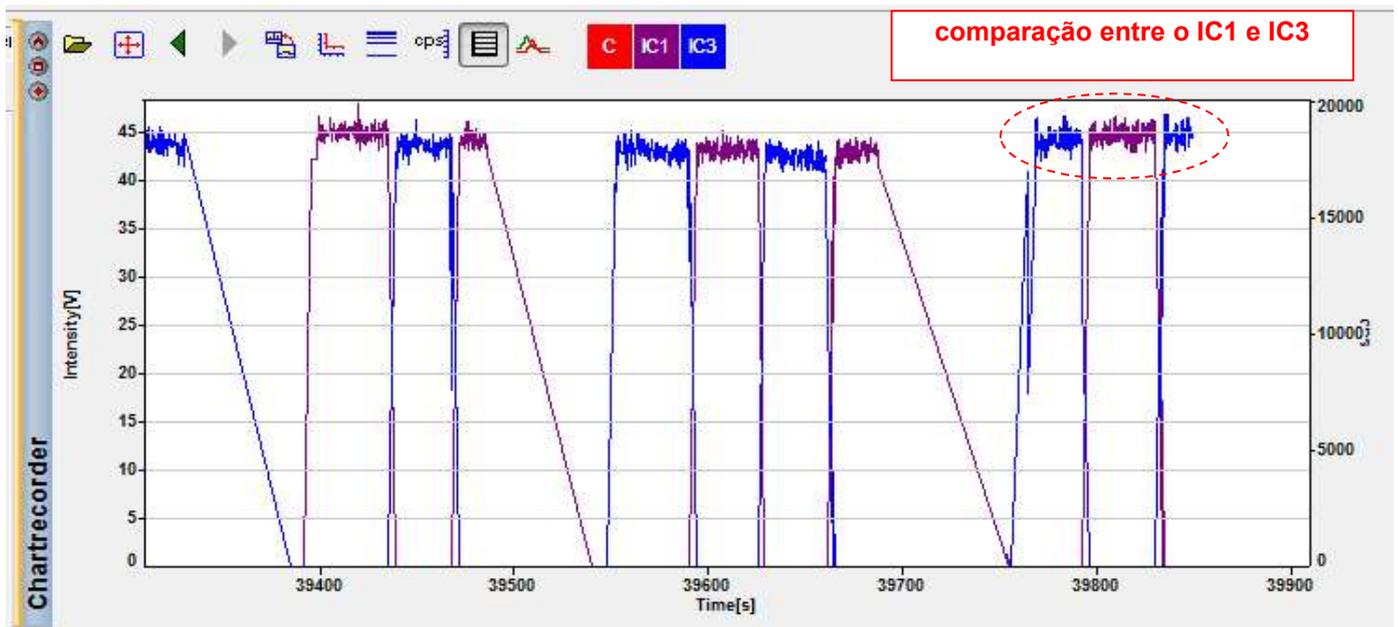
63. Deixar o sinal passando durante algum tempo pela multiplicadora de elétrons (SEM) - IC1;



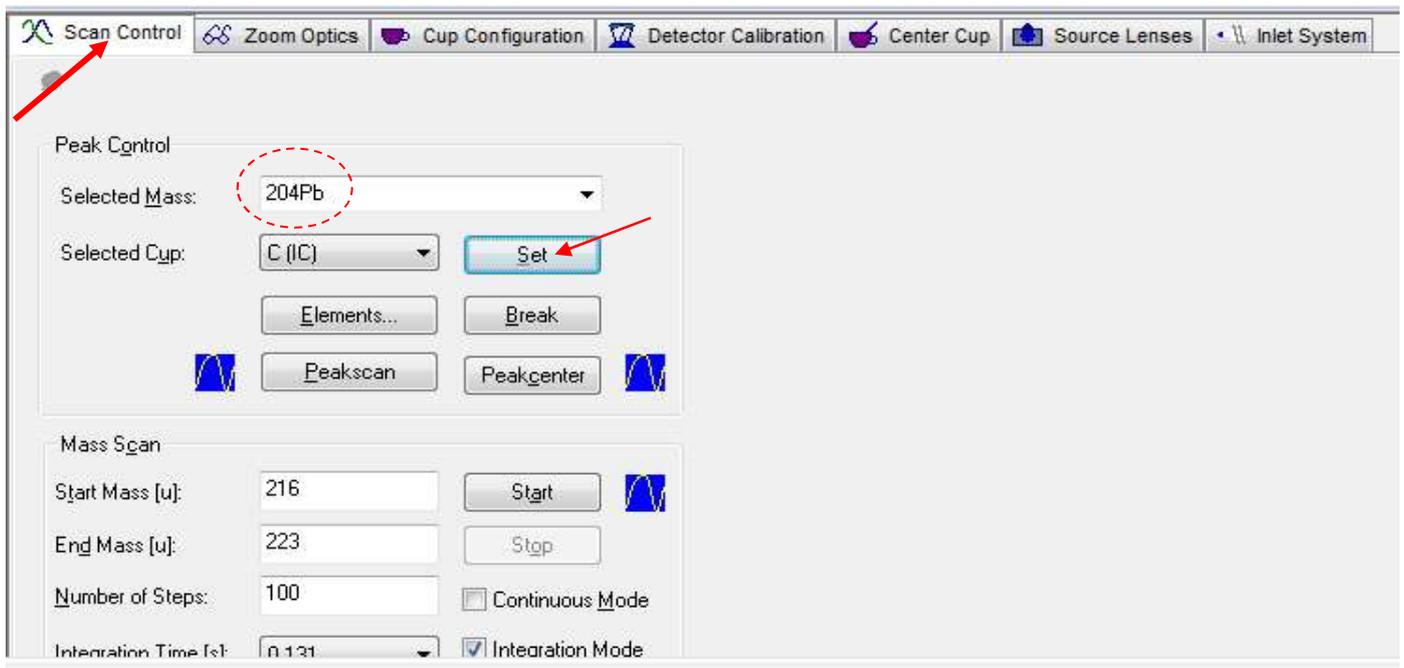
64. Colocar na massa virtual:



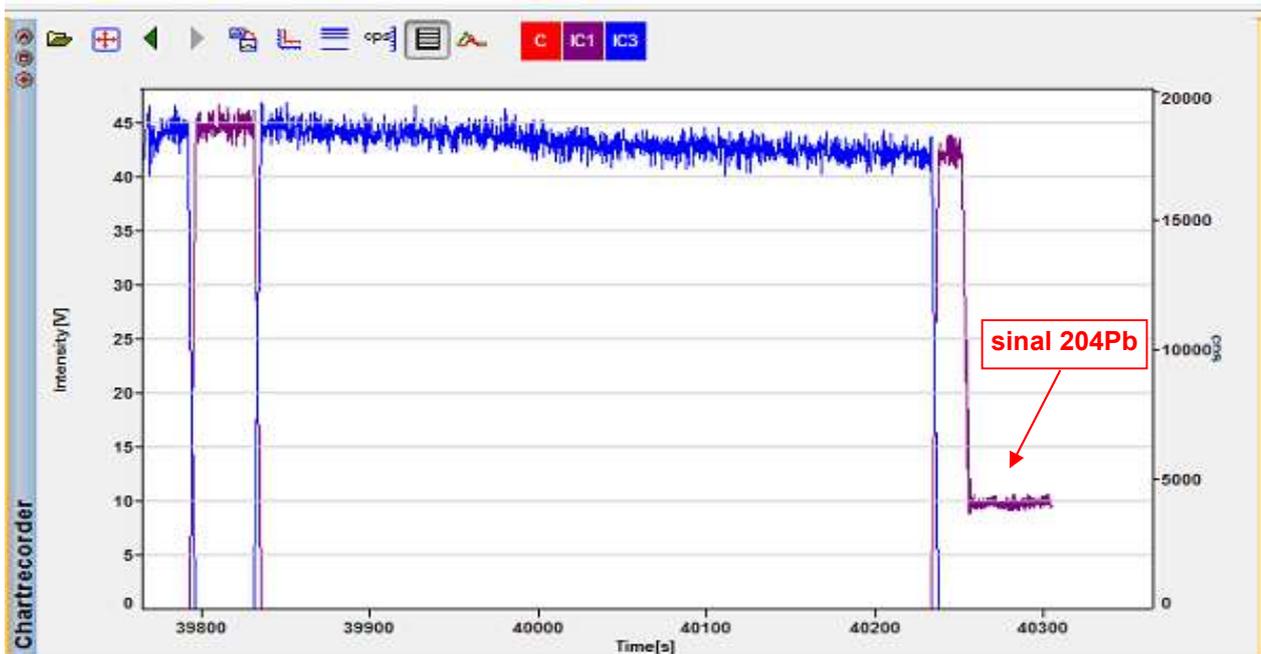
65. Deixar o sinal 202Hg passando pelo contador de íons (IC3), por um tempo; comparar se o sinal na SEM e no correspondem, se sim, o sinal do 202Hg está calibrado;



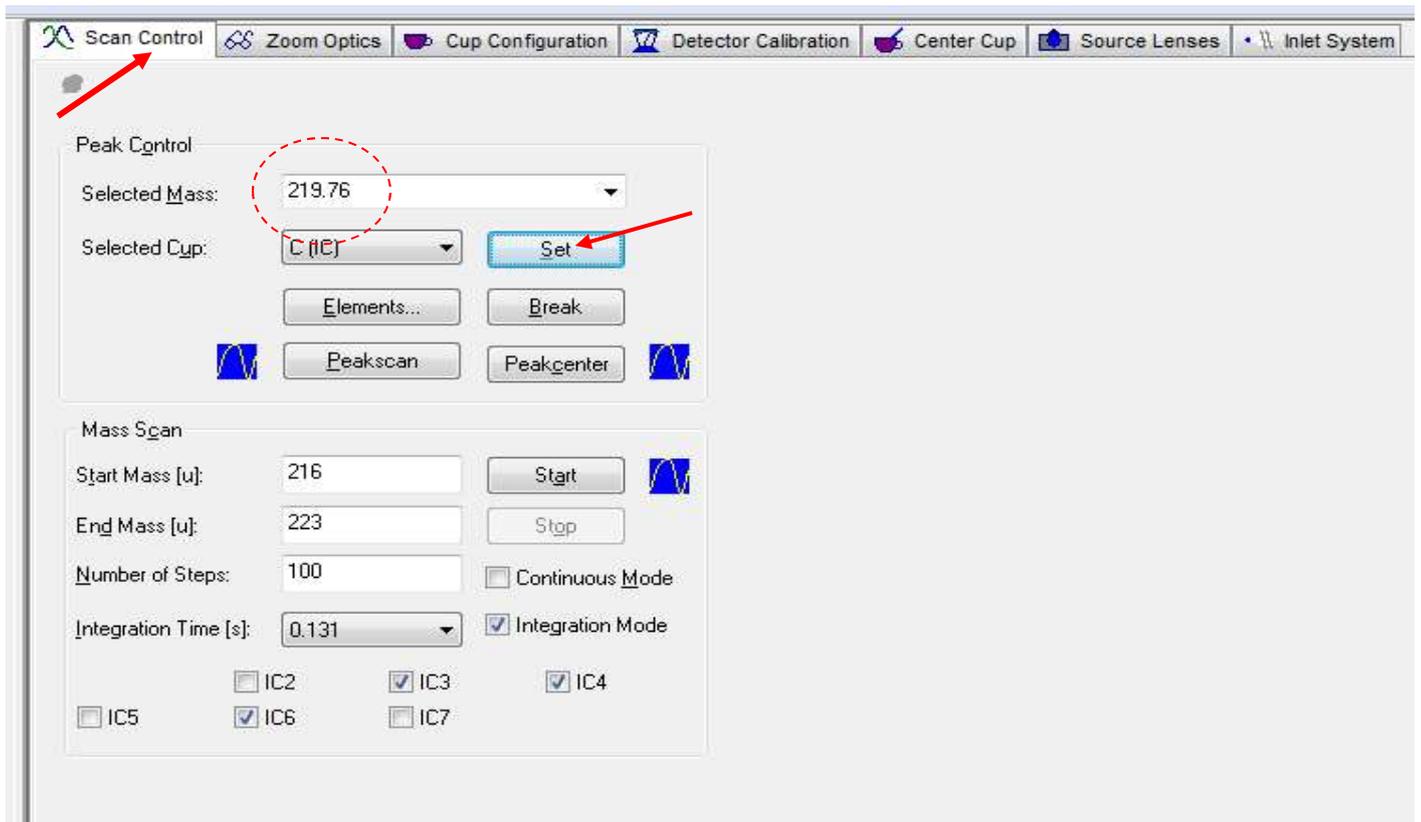
66. Colocar na massa 204Pb;



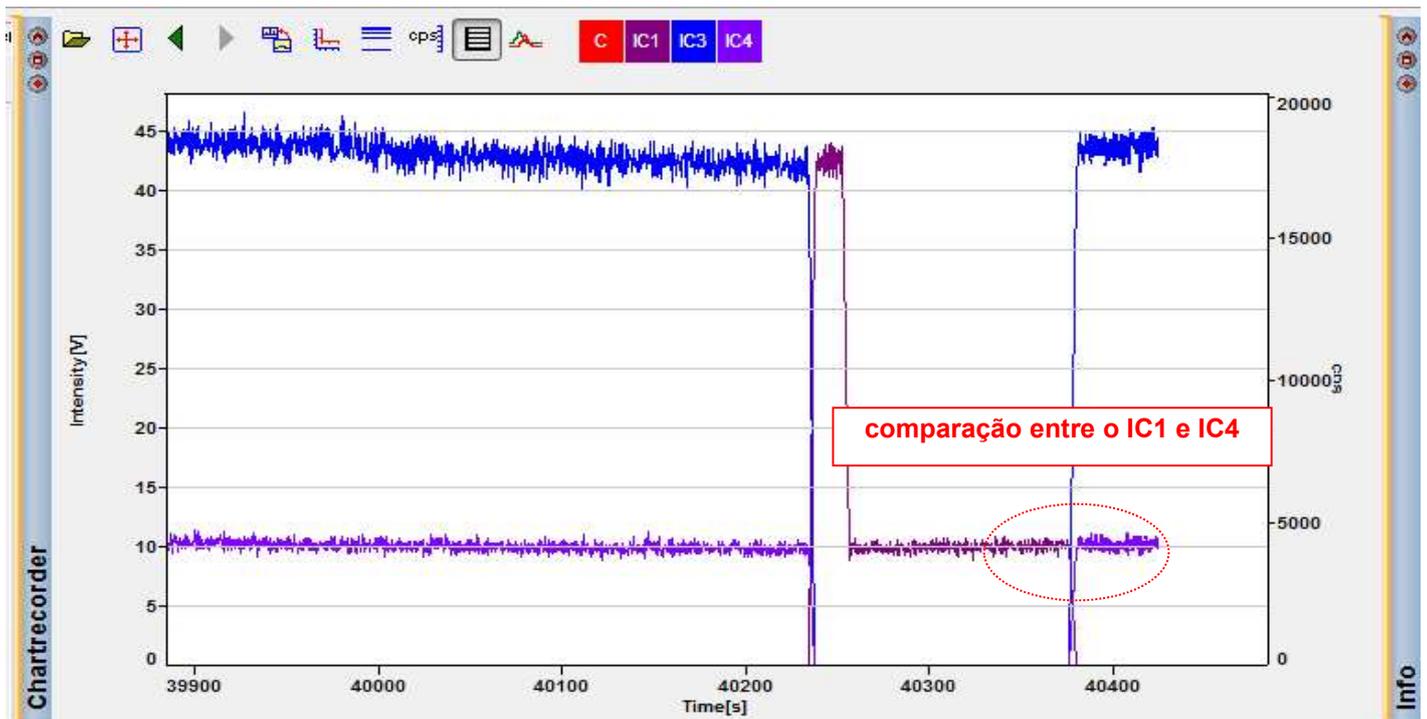
67. Deixar o sinal passando durante algum tempo pela multiplicadora de elétrons (SEM) - IC1;



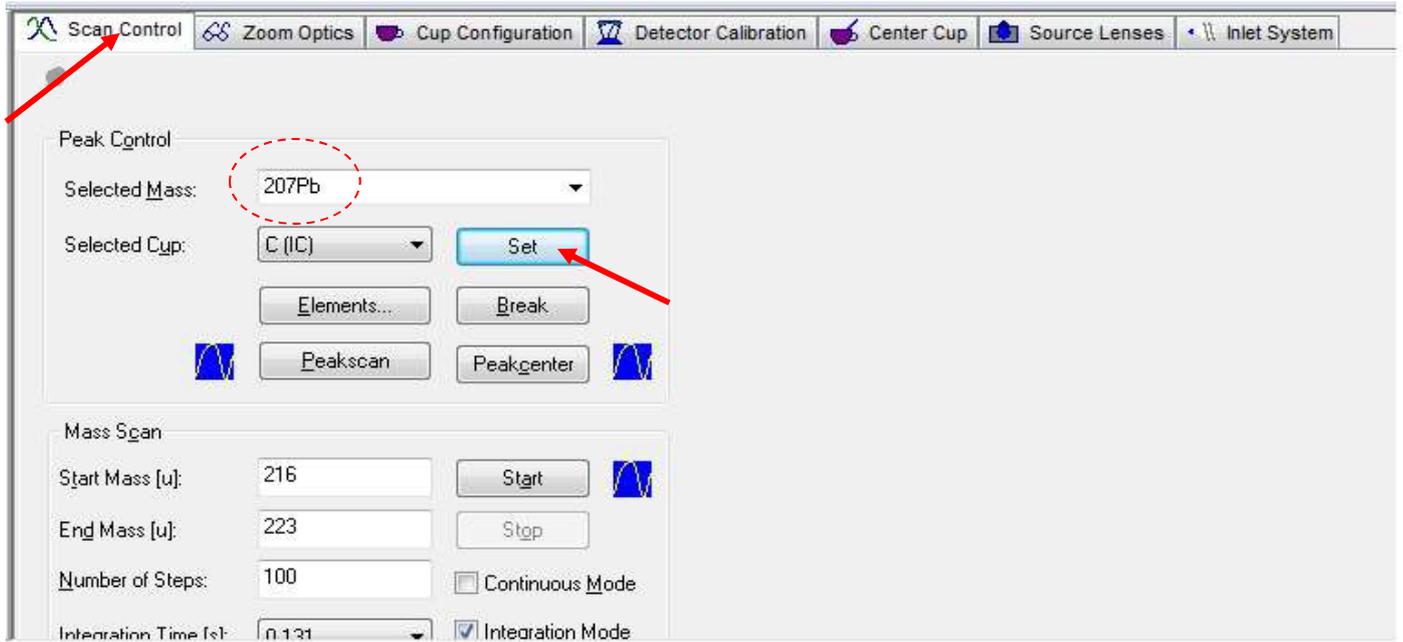
68. Colocar na massa virtual:



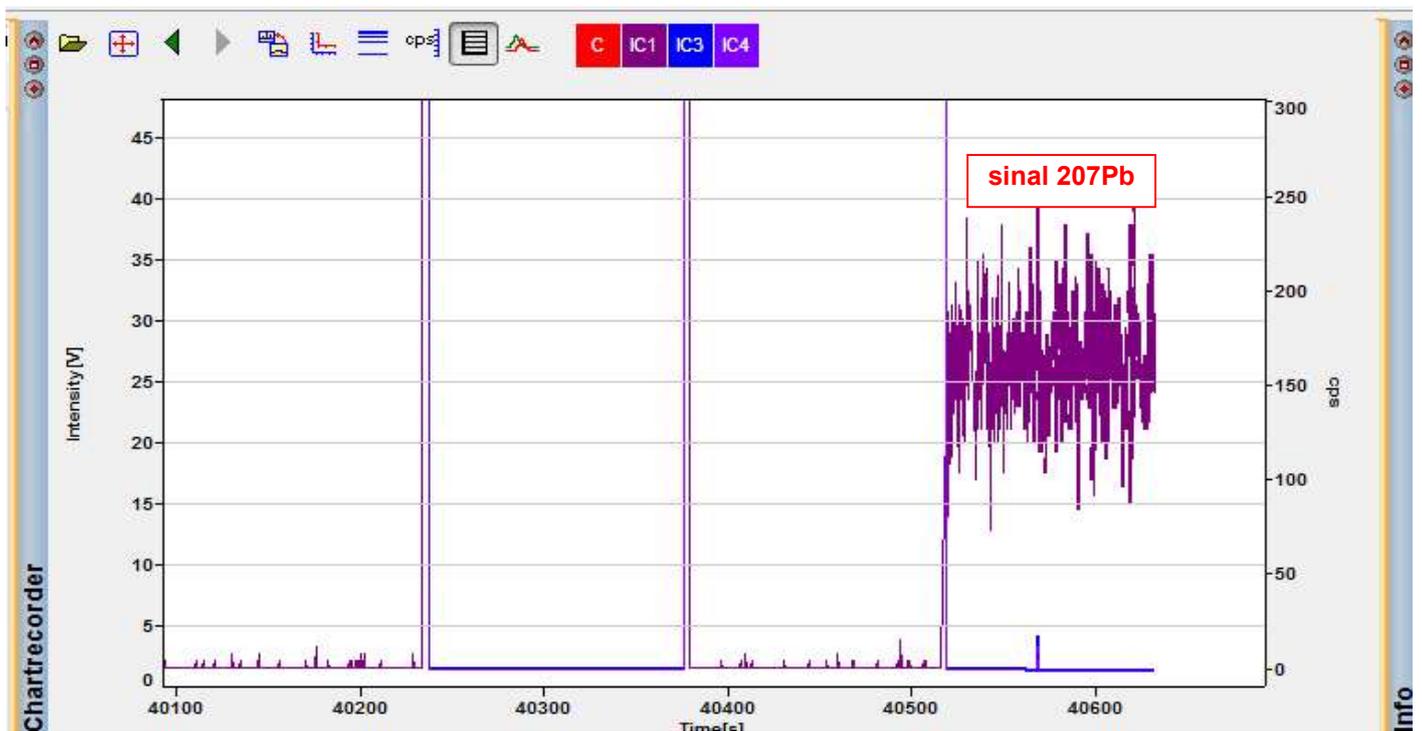
69. Deixar o sinal 204Pb passando pelo contador de íons (IC4), por um tempo; comparar se o sinal na SEM e no IC4 correspondem, se sim, o sinal do 204Pb está calibrado;



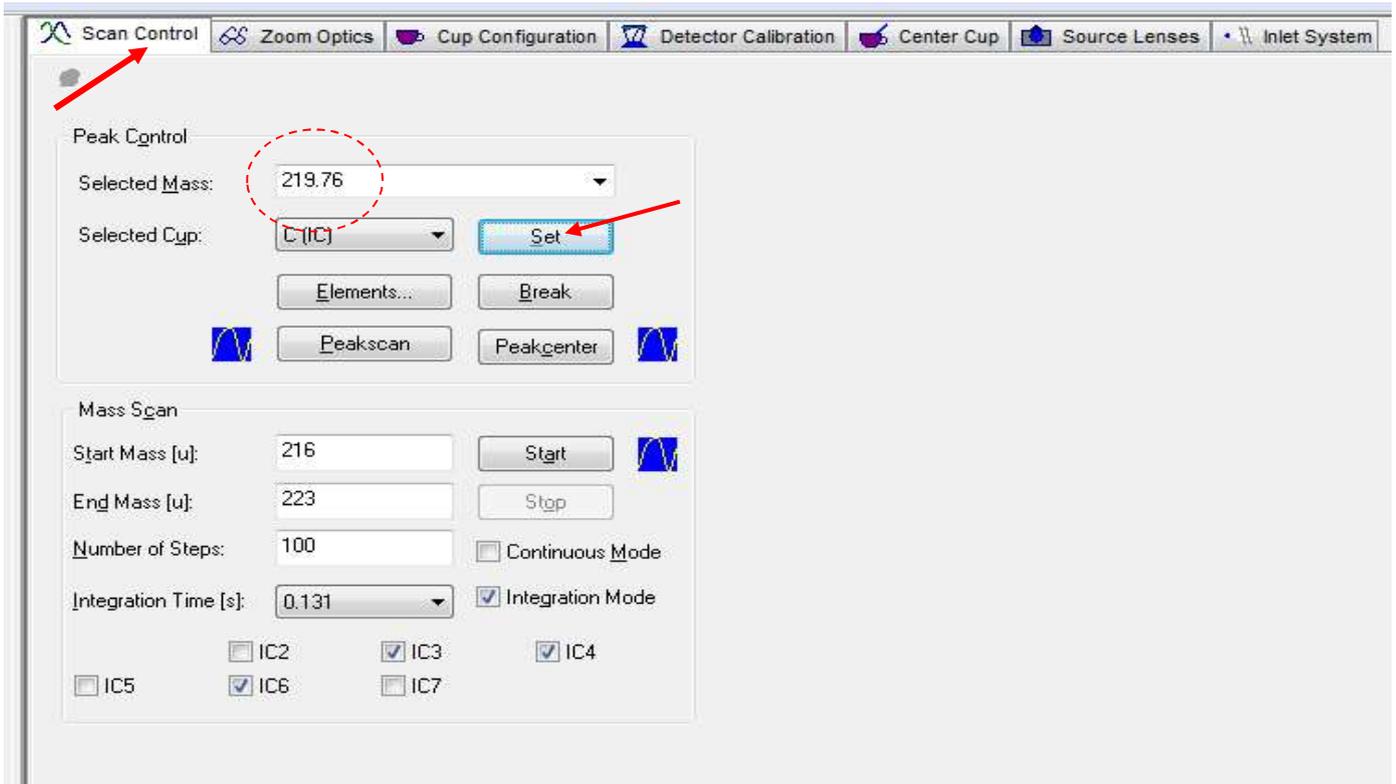
70. Colocar na massa 207Pb;



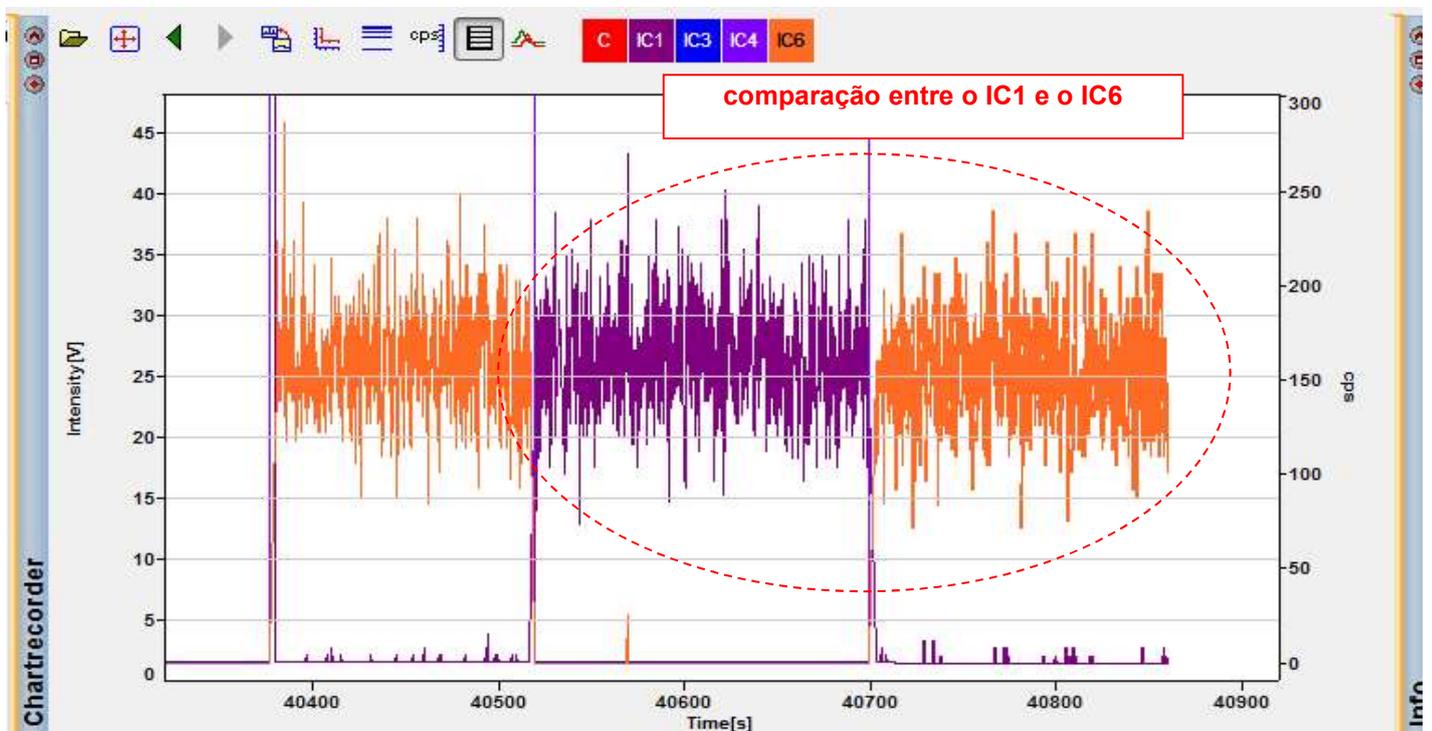
71. Deixar o sinal passando durante algum tempo pela multiplicadora de elétrons (SEM) - IC1;



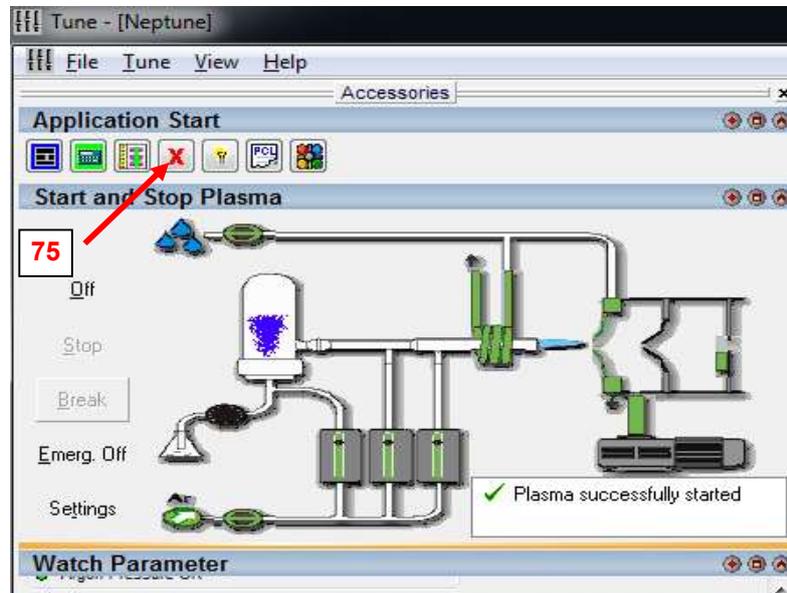
72. Colocar na massa virtual:



73. Deixar o sinal 207Pb passando pelo contador de íons (IC6), por um tempo; comparar se o sinal na SEM e no IC6 correspondem, se sim, o sinal do 207Pb está calibrado;



73. Se o sinal do MIC não estiver coincidente com o sinal da SEM;
74. Verifique se é necessário aumentar ou diminuir o sinal no contador de íon (IC) para corresponder com o sinal na SEM;
75. Ir na janela "Application Start" e clicar em "X (Executive)";



76. Abrir a janela "Ion Counter";
77. Os MICs que devem ser alterados, são respectivamente: IC3 para 202Hg, IC4 para 204Pb e IC6 para o 207P

Ion Counter Data - Executive

File View Customize Window Help

Mass Calibration Collector Ion Counter Amplifier History Log Files Autosampler

Line	Ion counter	Installation Date	Type	Dead Time [ns]	Dead Time Base Frequency [cps]	Dead Time Factor	Dark Current [V]	Max Current [V]	Plateau Voltage [V]	Operation Voltage [V]	Yield [%]	Mass [u]	Yield Date	Noise [cpm]	Noise Date
1	1	28/06/2000 08:40:37	IC	20.00000	1000.0	0.000000	2.11928e-010	0.000e+000	2400.078	2350.000	99.219	206.97600	30/11/2017 10:50:19	0.79	30/11/2017 10:26:53
2	2	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2100.000	2850.000	80.000	206.97600	30/10/2017	7.55	30/11/2017 10:26:53
3	3	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2125.000	2850.000	88.500	206.97600	30/10/2017	7.55	30/11/2017 10:26:53
4	4	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	1.55449e-008	0.000e+000	2150.000	2850.000	91.401	206.97600	30/10/2017	58.29	30/11/2017 15:33:38
5	5	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	3.14713e-009	0.000e+000	2580.000	2950.000	92.287	206.97600	30/10/2017	11.80	30/11/2017 10:44:27
6	6	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	4.88374e-009	0.000e+000	2280.000	2880.000	90.500	206.97600	30/10/2017	18.24	30/11/2017 10:44:27
7	7	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	5.05447e-009	0.000e+000	2325.000	2700.000	93.123	206.97600	30/10/2017	18.95	30/11/2017 10:44:27
8	8	14/04/1998 12:07:00	IC	70.00000	1000.0	0.000000	0.00000e+000	0.000e+000	1200.000	0.000	100.000	0.00000	00:00:00	0.00	00:00:00

78. Para calibrar o sinal nos MICs, deverá ser alterado o valor do "Operation Voltage" ou do "Yield (%)" até o sinal no MIC ficar equiparado ao sinal da SEM (mutiplicadora de elétrons);

78.1 "Operation Voltage" funciona da seguinte forma: para aumentar o sinal, deve-se aumentar o valor da voltagem, que deve chegar no máximo à **3000V** e para diminuir o sinal, deve-se diminuir o valor da voltagem, faça essa mudança de 20 em 20V;

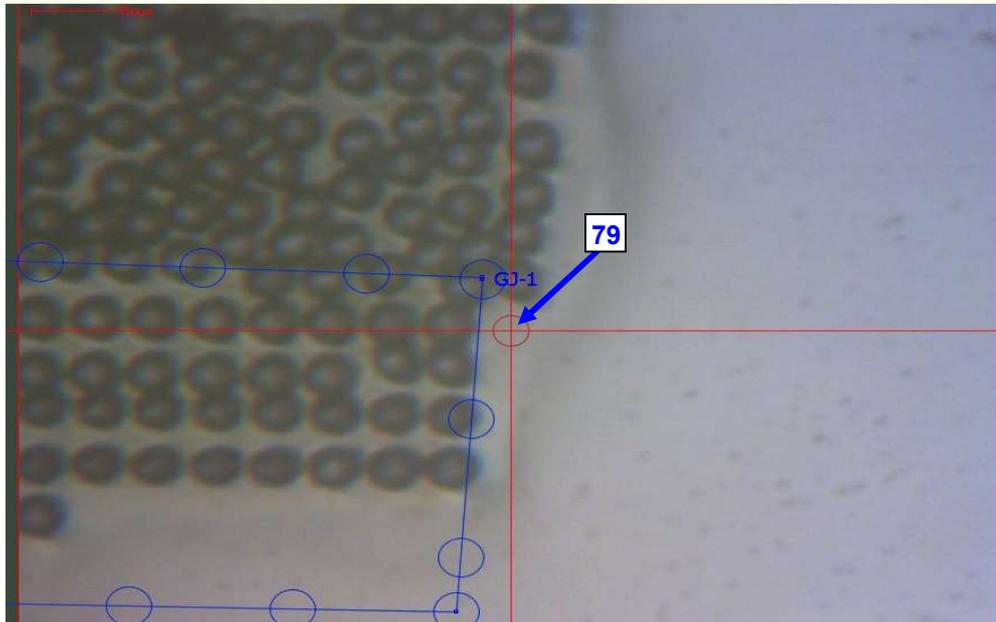
Mass Calibration												
Collector												
Ion Counter												
Amplifier												
History												
Log Files												
Autosampler												
Line	Ion counter	Installation Date	Type	Dead Time [ns]	Dead Time Base Frequency [cps]	Dead Time Factor	Dark Current [V]	Max Current [V]	Plateau Voltage [V]	Operation Voltage [V]	Yield [%]	Mass [u]
1	1	28/06/2000 08:40:37	IC	20.00000	1000.0	0.000000	2.11928e-010	0.000e+000	2400.076	2350.000	99.219	206.97600
2	2	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2100.000	2850.000	80.000	206.97600
3	3	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2125.000	2890.000	88.500	206.97600
4	4	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	1.55449e-008	0.000e+000	2150.000	2650.000	91.401	206.97600
5	5	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	3.14713e-009	0.000e+000	2580.000	2950.000	92.287	206.97600
6	6	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	4.86374e-009	0.000e+000	2280.000	2880.000	90.500	206.97600
7	7	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	5.05447e-009	0.000e+000	2325.000	2700.000	93.123	206.97600
8	8	14/04/1998 12:07:00	IC	70.00000	1000.0	0.000000	0.00000e+000	0.000e+000	1200.000	0.000	100.000	0.00000

78.2 "Yield (%)": para aumentar o sinal no MIC, deve-se diminuir a porcentagem do "Yield" e para diminuir o sinal no MIC, deve-se aumentar a porcentagem do "Yield";

Mass Calibration												
Collector												
Ion Counter												
Amplifier												
History												
Log Files												
Autosampler												
Line	Ion counter	Installation Date	Type	Dead Time [ns]	Dead Time Base Frequency [cps]	Dead Time Factor	Dark Current [V]	Max Current [V]	Plateau Voltage [V]	Operation Voltage [V]	Yield [%]	Mass [u]
1	1	28/06/2000 08:40:37	IC	20.00000	1000.0	0.000000	2.11928e-010	0.000e+000	2400.076	2350.000	99.219	206.97600
2	2	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2100.000	2850.000	80.000	206.97600
3	3	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	2.01331e-009	0.000e+000	2125.000	2890.000	88.500	206.97600
4	4	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	1.55449e-008	0.000e+000	2150.000	2650.000	91.401	206.97600
5	5	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	3.14713e-009	0.000e+000	2580.000	2950.000	92.287	206.97600
6	6	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	4.86374e-009	0.000e+000	2280.000	2880.000	90.500	206.97600
7	7	10/01/2007 10:18:22	IC	70.00000	1000.0	0.000000	5.05447e-009	0.000e+000	2325.000	2700.000	93.123	206.97600
8	8	14/04/1998 12:07:00	IC	70.00000	1000.0	0.000000	0.00000e+000	0.000e+000	1200.000	0.000	100.000	0.00000

## Monitor do Laser

79. Depois que os sinais nos MIC e na SEM estiverem equiparados, posicionar o "spot" em uma área limpa do



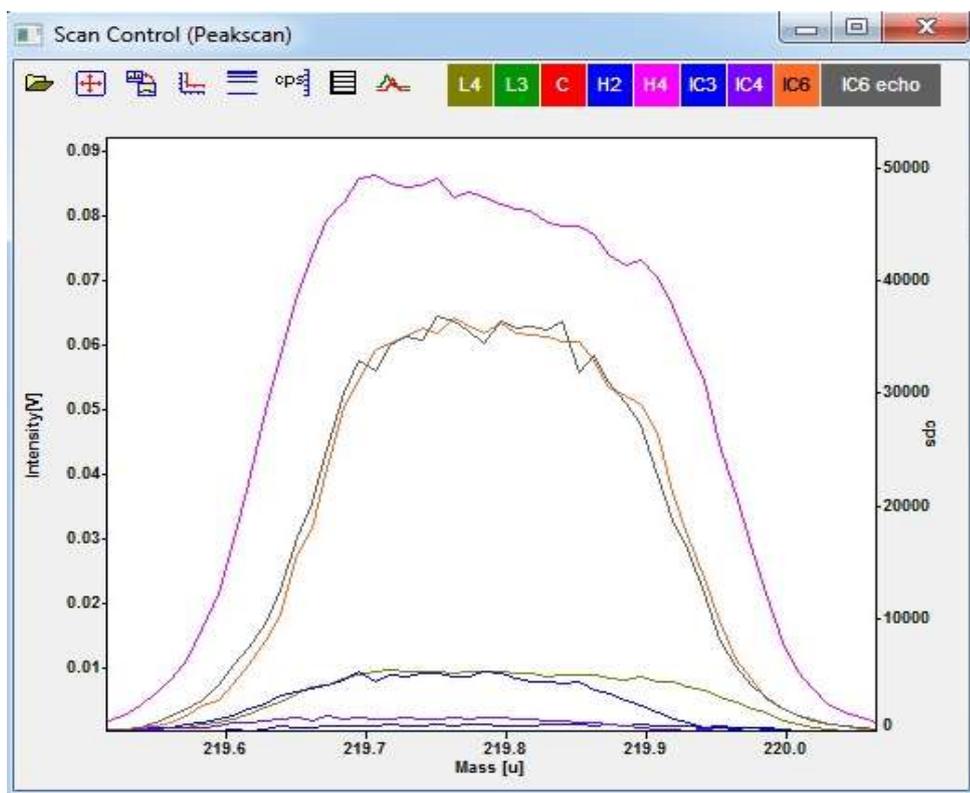
80. Ativar o laser e furar o padrão;



81. Clicar em "Peakscan" na janela "Scan Control";



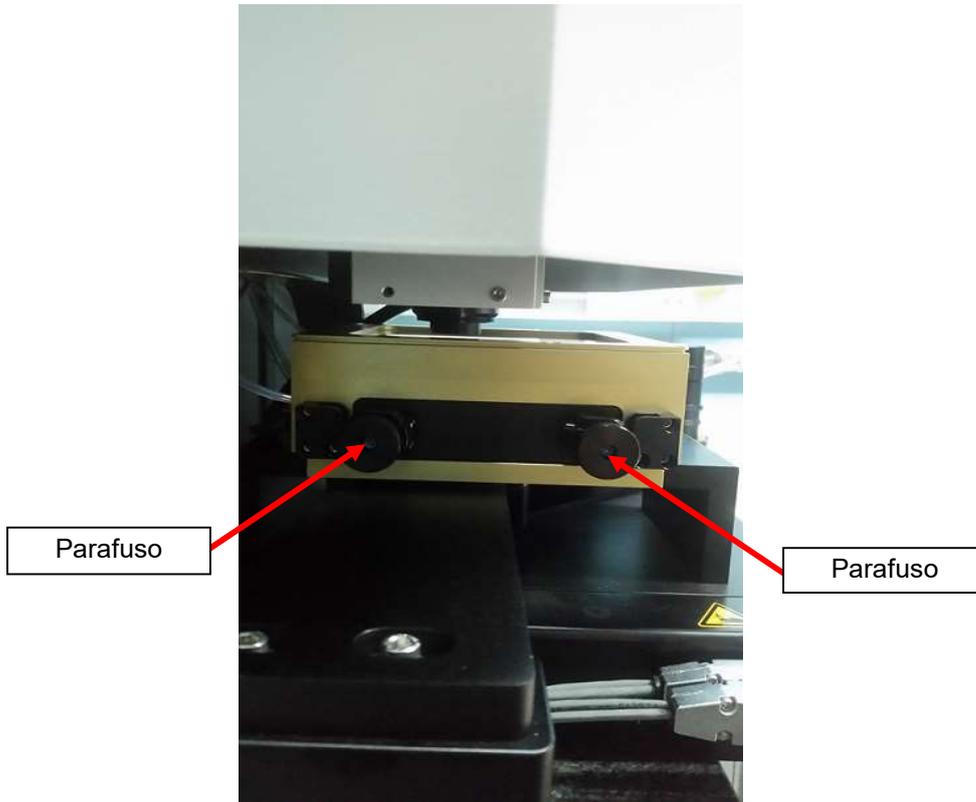
82. Aguardar o gráfico terminar, os picos dos isótopos de Pb e U devem continuar centrados em relação a massa virtual; se não estiverem centrados, altere o valor da massa virtual e faça o "Peakscan" no padrão GJ até ficarem centrados;



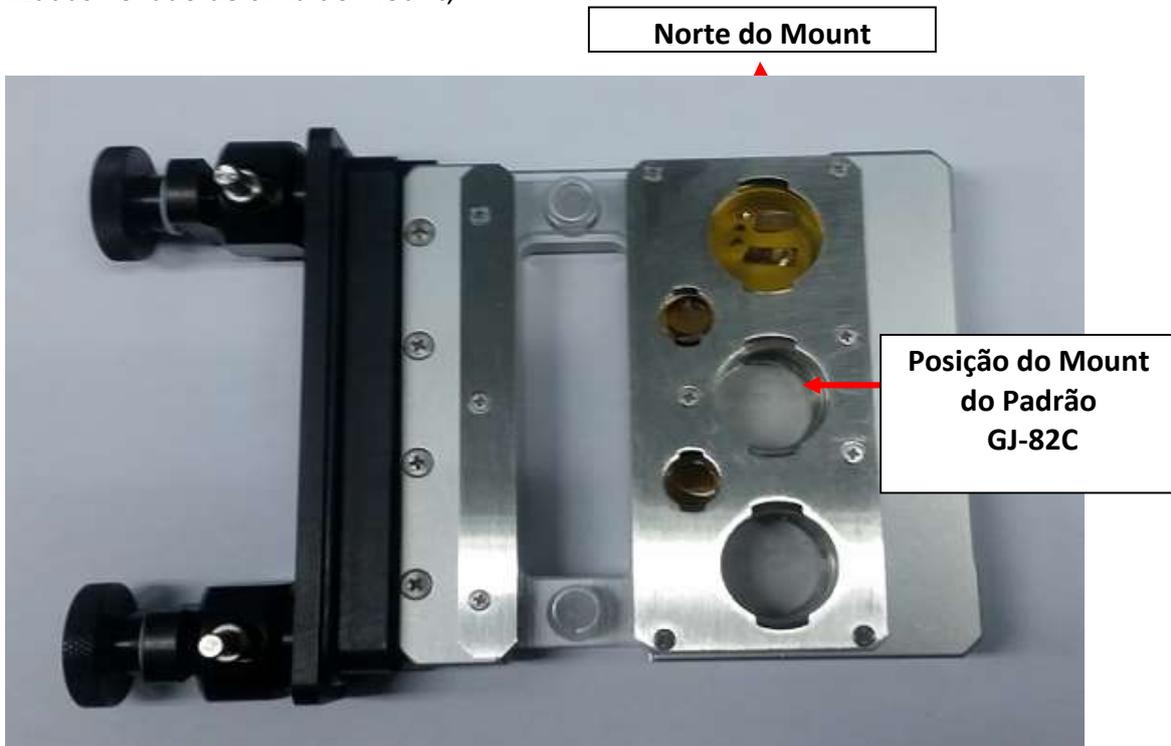
83. Se os isótopos estiverem centrados com a massa virtual o aparelho estará pronto para iniciar as análises.

## PROCEDIMENTO PARA TROCA DE MOUNT

1. Desrosquear os parafusos do porta-amostra, desencaixar e retirar o porta-amostra;



2. Posição do porta-amostra retirado da câmara do laser com as amostras localizadas no lado de cima do mount;



3. Colocar o porta-amostra na posição em que as amostras fiquem para baixo, retirar a placa, a mola e o mount que deverá ser trocado;



3 - Guardar o mount que foi retirado no seu respectivo pote;



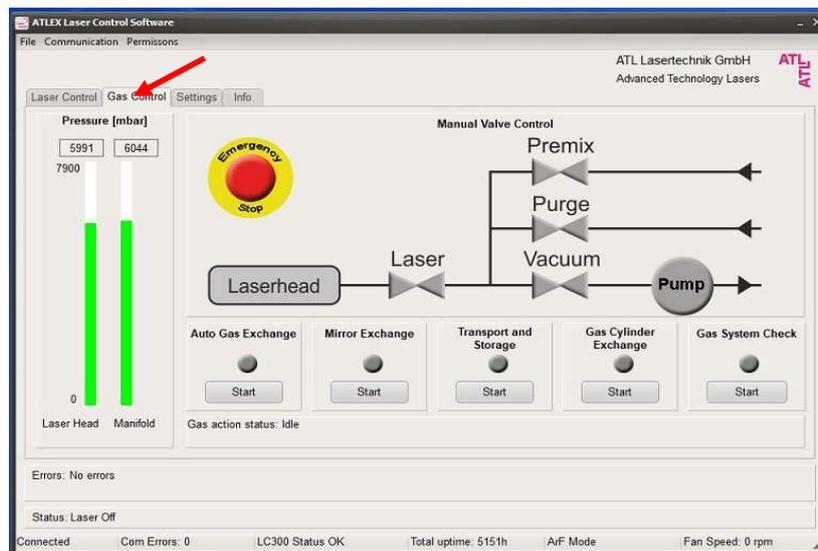
4 - Colocar o mount com a amostra na posição para baixo, seguindo a posição "Norte" do porta-amostra;

## PROCEDIMENTO PARA TROCA DE FLUORETO DE ARGÔNIO - COMPUTADOR DO LASER

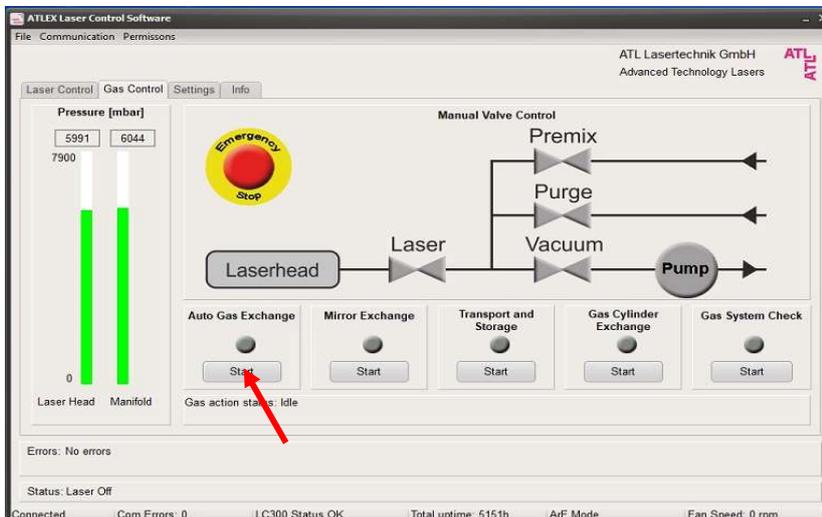
1. O fluoreto de argônio só deve ser trocado quando a "Voltage = 1.2 V";
2. Abrir a pasta "ATLEX - Laser Control";



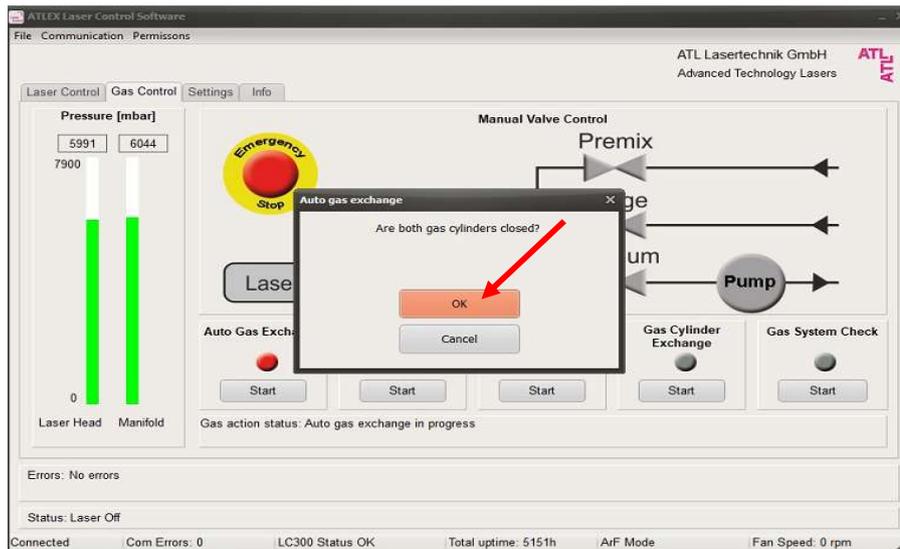
3. Clicar em "Gas Control";



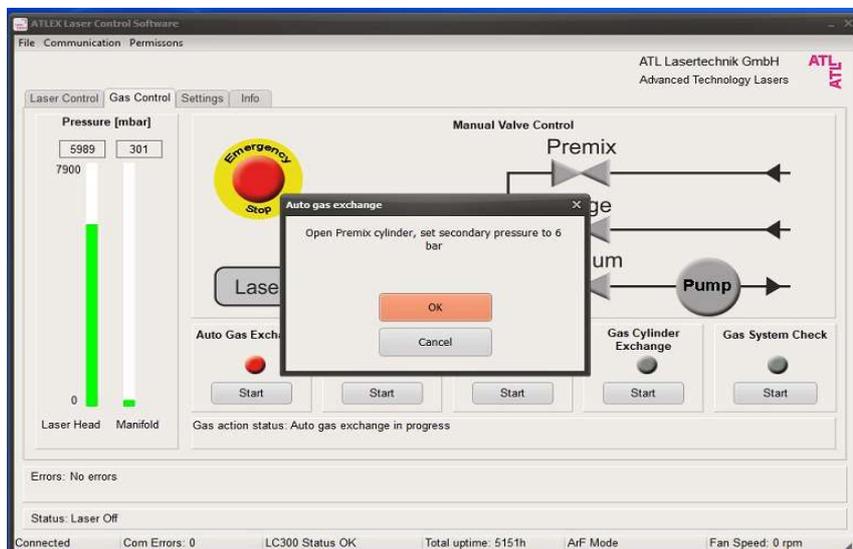
4. Em "Auto Gas Exchange" clicar em "Start";



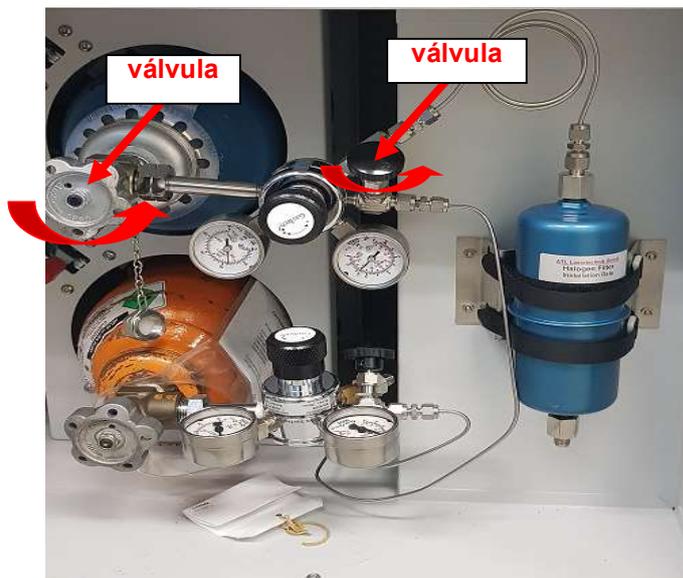
5. Abre automaticamente a janela: "Are both gas cylinders closed?" Clica em "Ok";



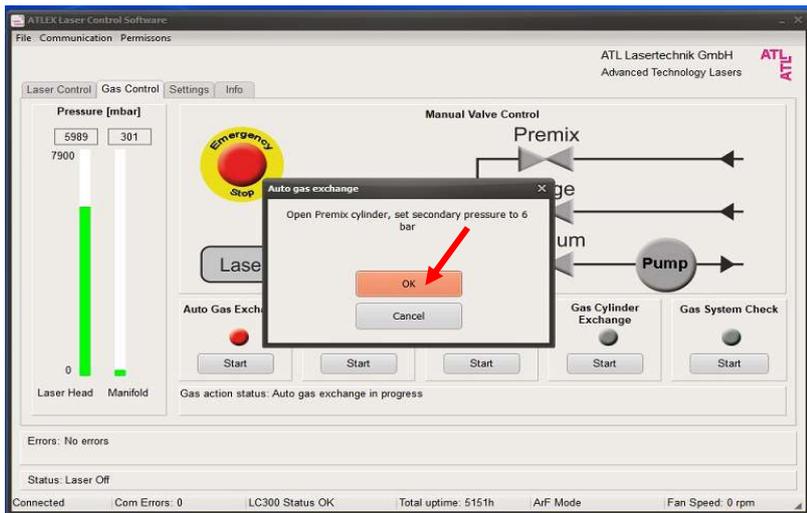
6. Abre automaticamente a janela: "Open Premix cylinder, set secondary pressure 6 bar";



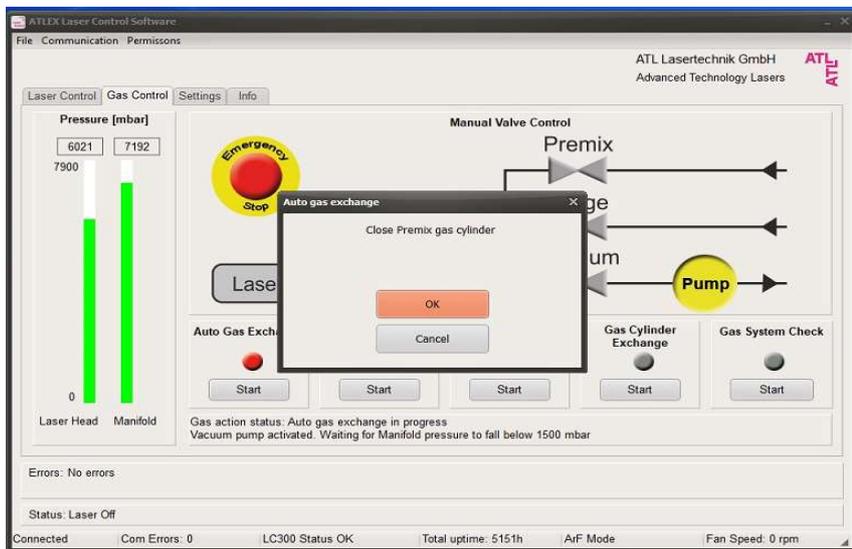
7. Na câmara onde fica o cilindro de Fluoreto de Argônio, abrir a válvula do cilindro e a válvula do sistema;



8. Depois que abrir as válvulas, voltar no monitor e clicar em "Ok";

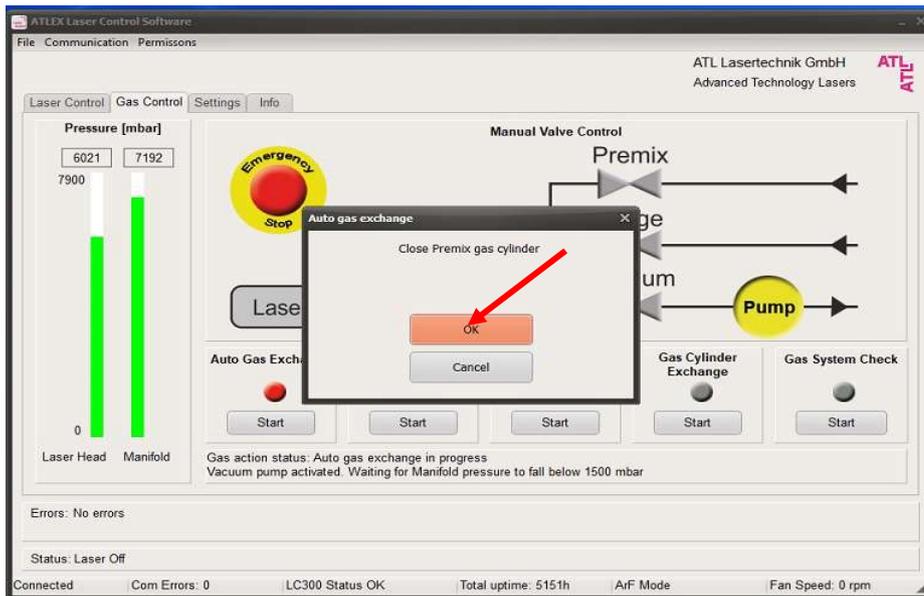


9. Depois que o aparelho fizer toda a troca de gás, abrirá uma janela automaticamente, pedindo para fechar as válvulas do gás e do sistema;

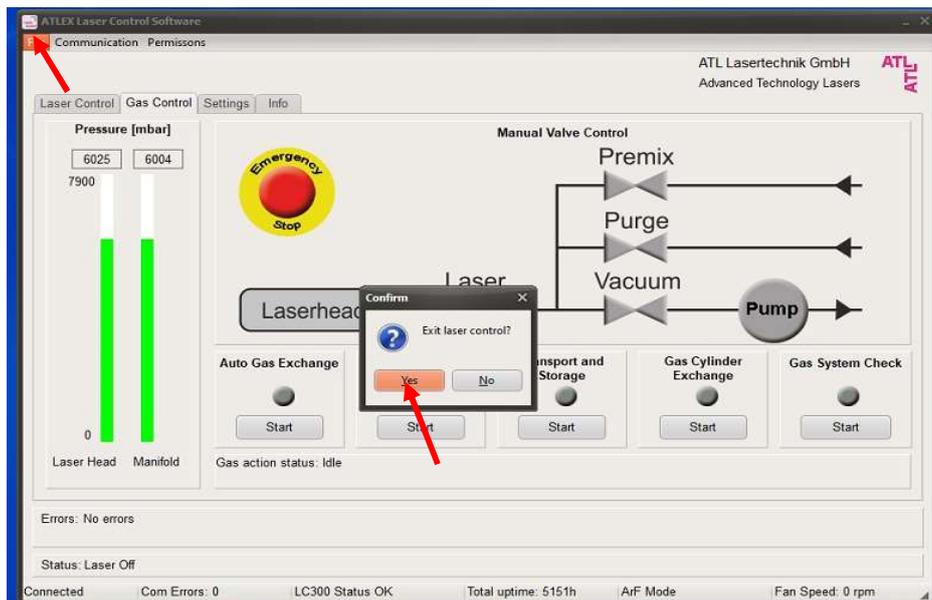


10. Fechar as duas válvulas, voltar no monitor e clicar em "Ok";



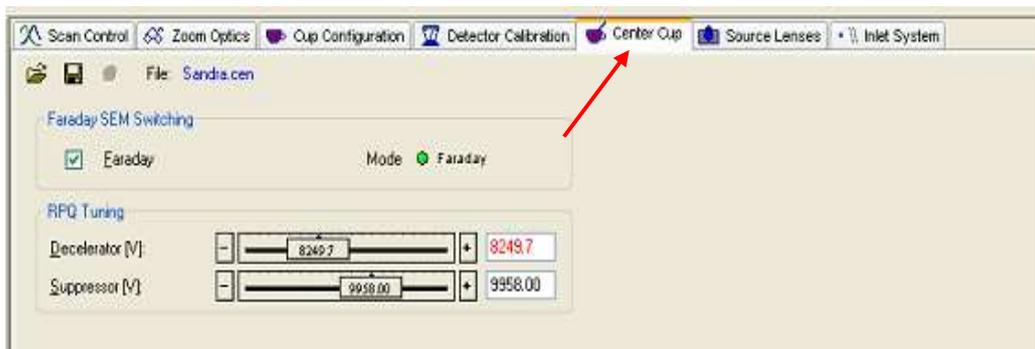


11. Fechar o programa, clicar em "File", clicar em "Exit", abrirá uma janela "Exit laser control?", clicar "Yes".

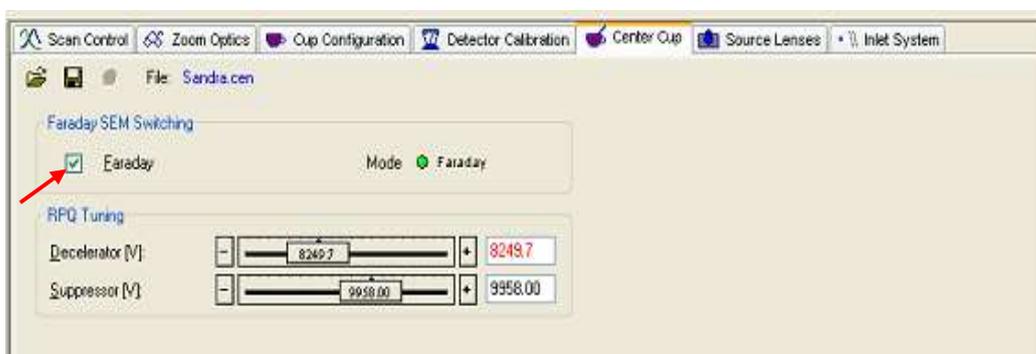


## PROCEDIMENTO PARA DESLIGAR O ICP-MS

### 1. Center Cup - clicar em Center Cup



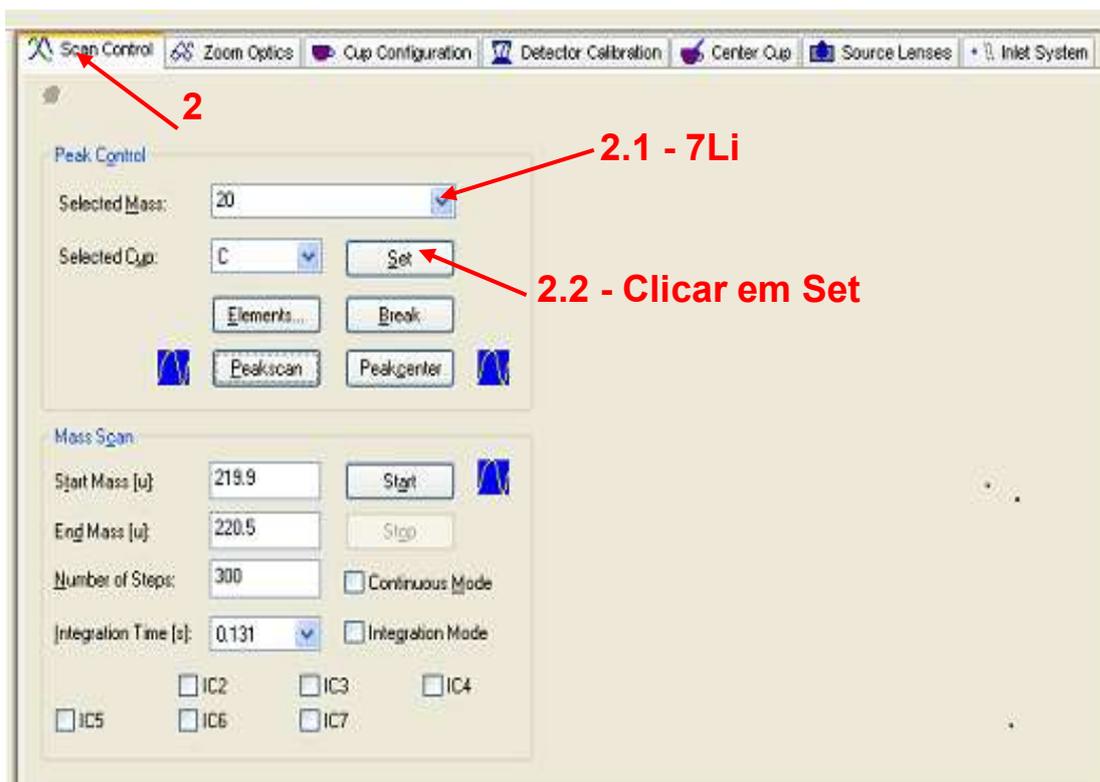
#### 1.1. Clicar em Faraday - o quadrado deve ficar ticado ( v )



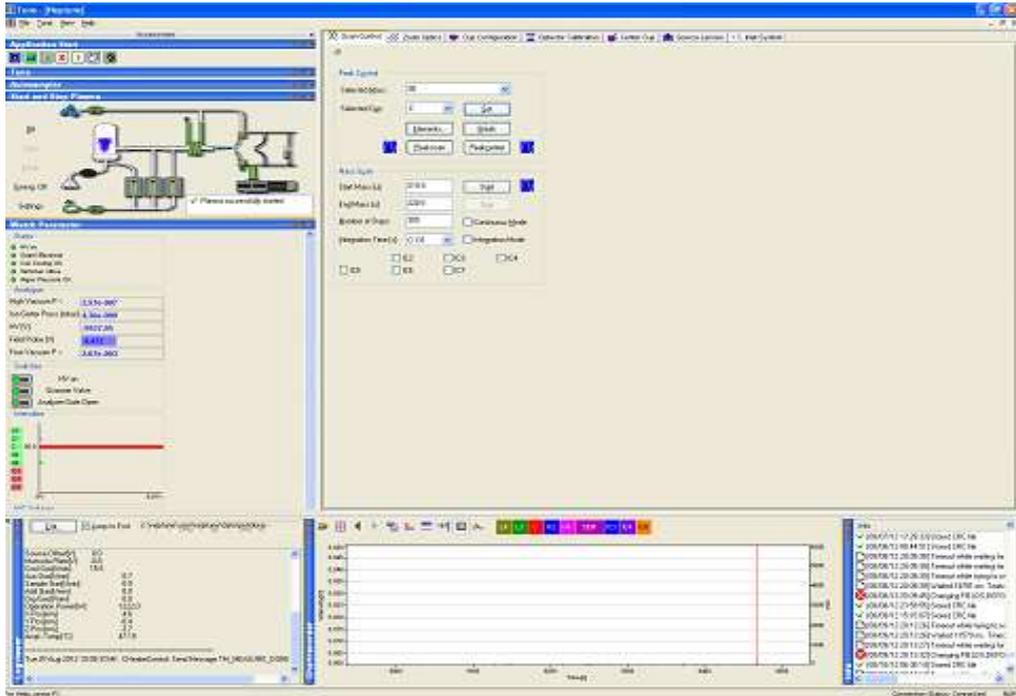
### 2. Scan Control - Clicar em Scan Control

#### 2.1. Selected Mass: Clica na massa 7Li

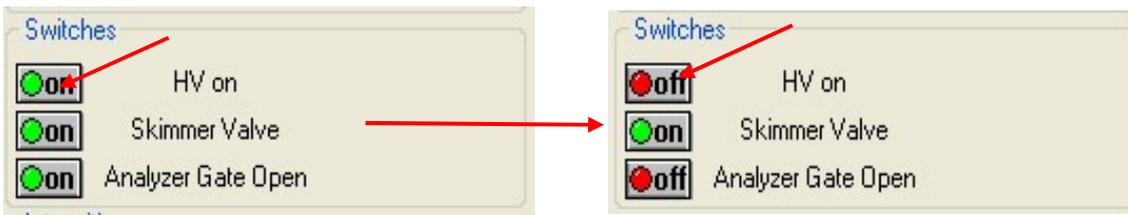
#### 2.2. Clica em Set



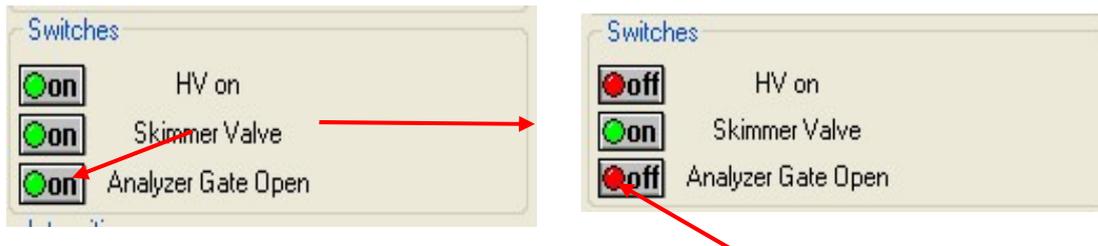
### 3. Tune Neptune



3.1. Na tela do Tune ir no Watch Parameter - Hv on - clica em on - fica off e vermelho

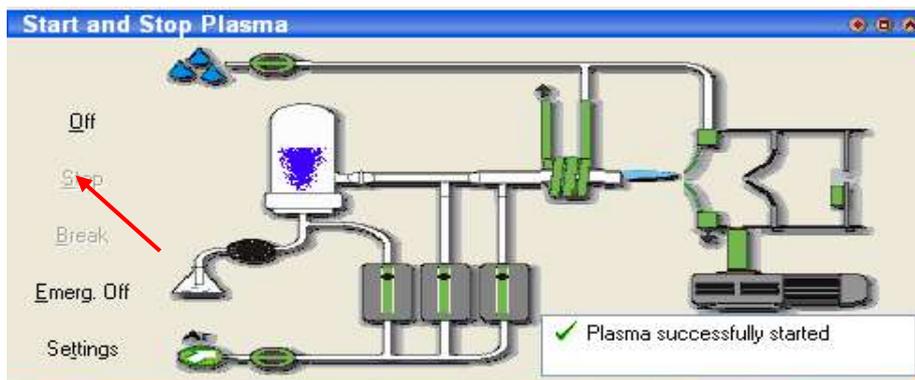


3.2. Analyzer Gate Open - clica em on fica off e vermelho

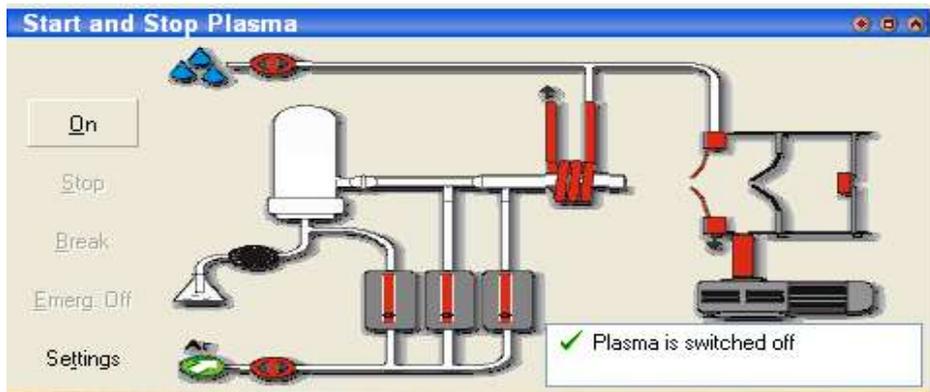


3.3. Start and Stop Plasma

3.3.1. Clica em off

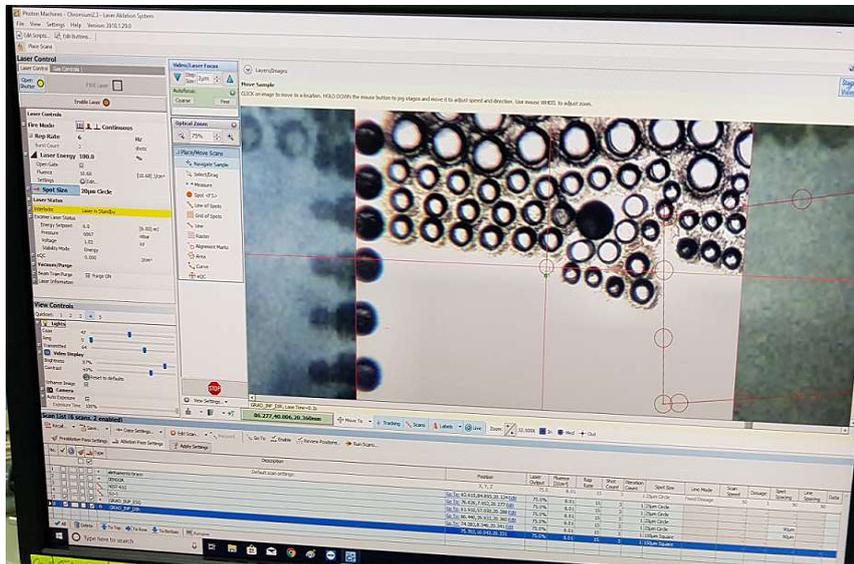


### 3.3.2. Todo o Sistema fica vermelho

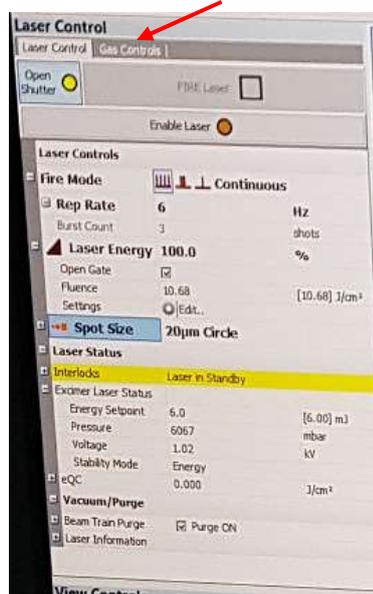


## PROCEDIMENTO PARA DESLIGAR O LASER

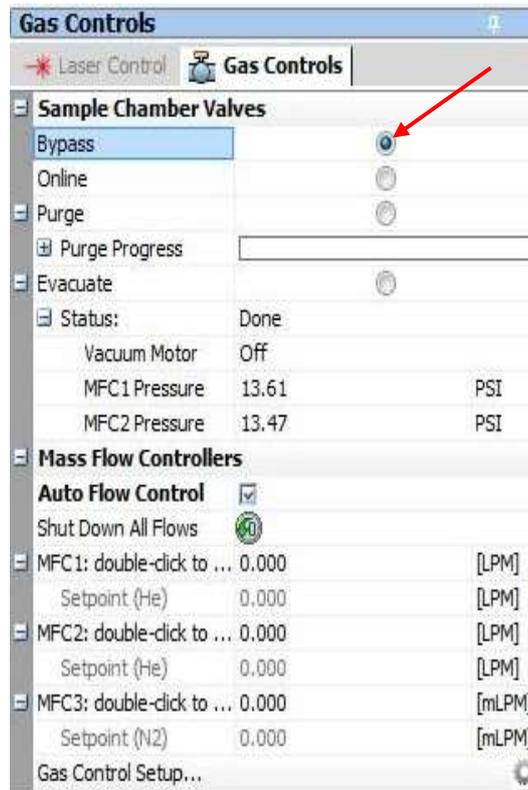
### 1. Chromium 2.3



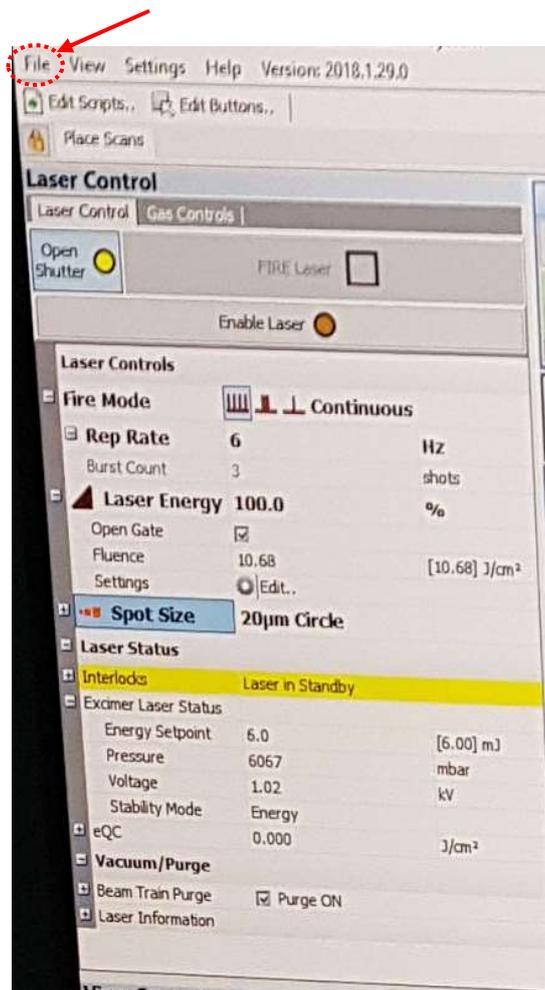
### 1.1. Clicar em Gas Controls



## 1.1 Clicar em Bypass



## 2. Clicar em File 2.1. Clicar em Exit



## FECHAR OS GASES

1. Hélio - Fechar a válvula do Cilindro de He, girar sentido horário



2. Nitrogênio - Fechar o N2 - válvula na parede, virar no sentido horário



3. Argônio - Só pode fechar o Argônio quando no "Start and Stop Plasma o sistema estiver todo vermelho;

3.1. Fechar a válvula verde na parede do Argônio, virar sentido horário.

