



GLASS EXPANSION

Quality By Design

Representante **exclusivo** no Brasil.

**GUIA DE TROUBLESHOOTING
DE NEBULIZADORES PARA ICP**





GLASS EXPANSION
Quality By Design

Representante **exclusivo** no Brasil.

GUIA TÉCNICO DE DIAGNÓSTICO

Diagnóstico e Resolução de Falhas em **Nebulizadores** **para ICP**

Framework estruturado de cinco etapas para identificar, isolar e corrigir falhas em nebulizadores de ICP-OES e ICP-MS. **Aplicável a qualquer fabricante ou modelo.** Os nebulizadores **Glass Expansion** são referenciados como padrão técnico de comparação ao longo do documento.

Sumário

O que ter em mãos antes de iniciar	3
Compatibilidade do material do nebulizador — verificação obrigatória	4
ETAPA 1 - Definição e Observação do Sintoma	5
ETAPA 2 - Coleta de Dados e Histórico de Importação	6
ETAPA 3 - Isolamento de variáveis: confirmar ou descartar o nebulizador como origem	7
ETAPA 4 - Procedimento de Limpeza	8
ETAPA 5 - Validação e documentação	9
Rotina operacional e acessórios de suporte	10
Quando o diagnóstico aponta para uma causa estrutural	12
Suporte técnico especializado	14

Diagnósticos conduzidos sem método produzem intervenções desnecessárias, custos evitáveis e ocorrências recorrentes. Este guia apresenta um processo estruturado de cinco etapas, baseado em eliminação progressiva de variáveis para que o analista identifique a causa raiz de uma falha antes de qualquer intervenção no equipamento.

O documento aplica-se a qualquer nebulizador concêntrico para ICP, independentemente do fabricante. Onde pertinente, os modelos Glass Expansion são utilizados como referência técnica, por representarem o portfólio mais completo disponível no mercado brasileiro para diferentes tipos de matriz.



O QUE TER EM MÃOS ANTES DE INICIAR



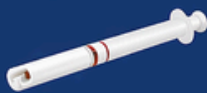
- ✓ **Registro de backpressure nominal do instrumento após aquecimento completo**
Referência técnica: ~40 psi / 275 kPa nos nebulizadores Glass Expansion DC



- ✓ **Histórico recente de operação**
Últimas trocas de componente, operador responsável e matriz analisada.



- ✓ **Nebulizador reserva com funcionamento confirmado**
Necessário para o procedimento de isolamento da Etapa 3.



- ✓ **Ferramenta de limpeza e solução adequada ao material**
Ex: Eluo (Glass Expansion) com solução Fluka RBS-25 (disponível na MixLab) ou HNO₃ 5%

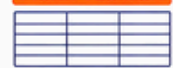


- ✓ **Lupa de inspeção com mínimo 10× de ampliação**
Para inspeção da ponta do capilar e da orifício do nebulizador.



- ✓ **EPIs completos**
Luvas de nitrila, óculos de proteção e jaleco obrigatórios ao manusear nebulizadores com resíduos ácidos ou HF.

FICHA TÉCNICA



- ✓ **Ficha técnica do nebulizador instalado**
Material, TDS máximo e compatibilidade química com a matriz analisada.

Compatibilidade do material do nebulizador - verificação obrigatória:

Antes de iniciar qualquer diagnóstico, é necessário confirmar que o nebulizador instalado é compatível com a matriz analisada. Incompatibilidade de material é a causa mais frequente de falhas recorrentes e, nesse caso, nenhum procedimento de limpeza ou ajuste resolverá o problema de forma definitiva..

Nebulizador	Material	TDS máx.	Partículas	HF	Aplicação
SeaSpray	Borossilicato	20%	200 µm	Não	ICP-OES
MicroMist	Borossilicato	15%	100 µm	Não	ICP-MS
Conikal	Borossilicato	5%	210 µm	Não	Rotina
Slurry	Borossilicato	~1%	280 µm	Não	Óleos
DuraMist	PEEK + PTFE	30%	200 µm	Até 5%	Matrizes agressivas
OpalMist	PFA ultra-puro	15%	200 µm	Qualquer	Alta pureza
VeeSpray	Cerâmica 99,8%	30%	550 µm	Sim	Alta robustez

⚠ Atenção ao TDS pós-preparo de amostra

O TDS relevante para a seleção do nebulizador é o da solução final que chega ao capilar não da amostra original. Digestões ácidas concentradas com matrizes metálicas podem resultar em TDS significativamente mais alto do que o estimado a partir da amostra bruta. Confirme a composição real da solução aspirada antes de concluir que o modelo instalado é adequado.



Observação do sistema e coleta de dados

As duas primeiras etapas têm por objetivo estabelecer uma descrição objetiva do problema e reunir as evidências necessárias antes de qualquer intervenção. A análise prematura de componentes sem registro adequado do estado inicial compromete a capacidade de diagnóstico nas etapas seguintes.

ETAPA 1 - Definição e Observação do Sintoma

Registre o que está ocorrendo e como isso difere do comportamento esperado. A tabela a seguir descreve os sintomas mais frequentes em nebulizadores de ICP, com o comportamento de referência correspondente

Sintoma observado	Comportamento esperado	Severidade	Componente suspeito inicial
Backpressure acima do nominal	~40 psi / 275 kPa após aquecimento	ALTA	Entupimento no capilar ou na ponta
Backpressure abaixo do nominal	~40 psi / 275 kPa após aquecimento	ALTA	Vazamento de gás ou fratura no corpo
RSD acima do limite do método	Variação inferior a 1–2% entre réplicas	MODERADA	Entupimento parcial, tubo da bomba peristáltica ou câmara de nebulização
Deriva progressiva de sinal	Sinal estável ao longo de toda a corrida	MODERADA	Depósito crescente na ponta do capilar
Perda gradual de sensibilidade	Intensidade de sinal constante por corrida	MODERADA	Entupimento parcial, desgaste da ponta ou conexão de argônio com folga
Ausência total de aerossol	Névoa fina e contínua visível na ponta	CRÍTICA	Entupimento total, linha desconectada ou nebulizador danificado
Dano físico visível na ponta ou no corpo	Componente íntegro, sem trincas ou deformações	CRÍTICA	Manuseio incorreto ou exposição a material quimicamente incompatível

Essa tabela funciona como um guia rápido de diagnóstico para sistemas de introdução de amostras em ICP (ICP-OES e ICP-MS). Ela conecta o que o operador observa no dia a dia com o comportamento esperado do equipamento, ajudando a identificar rapidamente a causa provável do problema.

O ponto central aqui é simples: quando o comportamento real foge do esperado, existe uma evidência clara de que algo no sistema está comprometido e, na maioria dos casos, isso começa no conjunto de nebulização.

ETAPA 2 - Coleta de Dados e Histórico de Importação

Antes de intervir, registre as evidências disponíveis e levante o histórico recente de operação. O objetivo é identificar se houve alguma mudança nas condições de trabalho que possa ter precipitado a ocorrência.



O QUE VERIFICAR?

Perguntas-chave antes de intervir



Houve troca de nebulizador nas últimas 48 horas?

Verificar se o novo componente corresponde ao modelo e código corretos para o instrumento.



A composição da matriz foi alterada?

Novo cliente, novo lote de reagentes ou método diferente do habitual.



O tubo da bomba peristáltica foi trocado recentemente?

Tubo novo pode alterar a vazão e gerar leituras de backpressure divergentes do histórico.



Houve desligamento não planejado do instrumento?

Pode provocar cristalização de sais no interior do capilar.



O procedimento de limpeza pós-corrida foi realizado?

Ausência de enxágue com água deionizada acelera entupimentos em matrizes com alto TDS.



REGISTROS OBRIGATÓRIOS

Evidências que não podem faltar



psi

Registrar valor atual de backpressure

Comparar com o nominal registrado após o aquecimento mais recente.



RSD

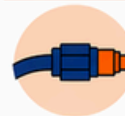
Medir o RSD atual com padrão de referência conhecido

Antes de alterar qualquer configuração ou componente.



Inspecionar visualmente a ponta com lupa (10x)

Registrar presença de depósito, trinca ou deformação.



Verificar conexão de argônio

Checar encaixe rosqueável e tubo de gás por possíveis folgas ou vazamentos.



Registrar o estado atual por escrito ou fotografia

Para referência comparativa ao final da intervenção.








**MUDANÇAS RECENTES EXPLICAM A MAIORIA DAS FALHAS.
NÃO INTERVENHA ANTES DE REGISTRAR.**

ETAPA 3 - Isolamento de variáveis: confirmar ou descartar o nebulizador como origem

O objetivo desta etapa é determinar se o nebulizador é ou não a origem do problema antes de qualquer desmontagem ou substituição. O procedimento consiste em instalar um nebulizador com funcionamento confirmado no lugar do suspeito, sem alterar nenhum outro parâmetro do sistema. O resultado define o caminho do diagnóstico.



TABELA DE ISOLAMENTO POR SINTOMA

SINTOMA	BACKPRESSURE	LOCALIZAÇÃO PROVÁVEL	PRÓXIMA AÇÃO
 Entupimento total	ALTA	Ponta do capilar ou canal de amostra	Limpar com Eluo. Se a backpressure não retornar ao nominal após dois ciclos, substituir
 Perda de sinal com backpressure baixa	BAIXA	Vazamento na conexão de gás ou fratura no corpo	Inspecionar conexões e corpo com lupa. Substituir se houver dano físico confirmado
 RSD alto com backpressure normal	NORMAL	Câmara de nebulização ou tubo da bomba peristáltica	Verificar câmara de nebulização e tensão da braçadeira do tubo da bomba
 Deriva progressiva de sinal	NORMAL	Depósito incremental na ponta do capilar	Inspecionar ponta com lupa. Realizar limpeza preventiva
 Sinal instável com aerossol irregular	VARIÁVEL	Entupimento parcial ou conexão de argônio com folga	Verificar encaixe rosqueável e pressão nominal de argônio. Limpar o nebulizador



PRINCÍPIO DE ISOLAMENTO

Ao instalar o nebulizador de teste, **não altere nenhum outro parâmetro** câmara de nebulização, tubo da bomba, configuração do método ou fluxo de argônio. Qualquer alteração paralela contamina o diagnóstico e impede a identificação precisa da causa.

Ação corretiva, validação e documentação

ETAPA 4 - Procedimento de Limpeza

Aplicável quando a backpressure está acima do nominal e o nebulizador foi confirmado como origem do problema. Seguir a sequência abaixo na ordem indicada
Sequência de limpeza.

1. Realizar a lavagem inicial com água morna, utilizando o Eluo, forçando a solução pelo capilar de forma contínua.
2. Em caso de depósitos de sal, realizar imersão da ponta em solução **Fluka RBS-25 a 25% por 24 horas**, utilizando o Eluo para garantir a penetração completa.
3. Enxaguar três vezes com água morna, ainda utilizando o Eluo.
4. Para depósitos mais resistentes, realizar imersão adicional de **2 horas em HNO₃ a 5%**, seguida de novo enxágue triplo com água morna.
5. Finalizar com metanol ou álcool isopropílico, promovendo secagem rápida e evitando formação de cristais.
6. Antes de reinstalar, realizar inspeção com lupa (10×), verificando ausência de resíduos e integridade do orifício.

Quando substituir em vez de limpar

A limpeza não é suficiente em situações onde há comprometimento estrutural. Nesses casos, a substituição deve ser imediata:

- **Trincas, fraturas ou deformações visíveis** → A geometria do capilar não é recuperável
- **Backpressure não retorna ao nominal após dois ciclos de limpeza** → Indica entupimento profundo ou dano interno
- **RSD não melhora após limpeza e verificação do sistema** → Indica desgaste da geometria interna
- **Exposição de vidro/quartzo ao HF** → Substituir por:
 - **DuraMist (PEEK)** → até 5% HF
 - **OpalMist (PFA)** → concentrações superiores.

Restrições de limpeza (procedimentos contraindicados)

Determinadas práticas causam danos irreversíveis ao nebulizador e devem ser evitadas:

- **Limpeza em banho de ultrassom** → Provoca microfaturas no capilar
- **Uso de arame, agulha ou objetos rígidos** → Danifica permanentemente a ponta
- **Contato com a ponta sem luvas** → Deposição de óleo corporal compromete a nebulização
- Uso de água quente em **OpalMist** e **DuraMist** → **Materiais PEEK e PFA** têm comportamento térmico diferente
- **Armazenamento sem proteção adequada** → Risco elevado de dano físico.

Ação corretiva, validação e documentação

ETAPA 5 - Validação e documentação

A intervenção só está concluída após confirmação do desempenho sob condições reais de operação.



Backpressure retornou ao valor nominal após aquecimento completo



RSD dentro do limite do método — mínimo 5 réplicas com padrão rastreável



Ausência de deriva ao longo de corrida com no mínimo 20 amostras



Sensibilidade analítica recuperada — intensidade compatível com o histórico do instrumento

Documentar obrigatoriamente:

Data e sintoma da ocorrência, valor de backpressure no momento da falha, causa identificada, componente intervencionado, solução aplicada, resultado da validação e ação preventiva adotada. Histórico documentado permite identificar padrões de recorrência e antecipar intervenções.



Rotina operacional e acessórios de suporte

A adoção de uma rotina estruturada de manutenção preventiva reduz significativamente a frequência de ocorrências, prolonga a vida útil do nebulizador e contribui para a estabilidade analítica ao longo do tempo. Os procedimentos a seguir aplicam-se a qualquer modelo concêntrico, independentemente do fabricante.

Rotina diária recomendada

- **Antes da primeira corrida:** **nebulizar solução ácida diluída (HNO₃ 1%) por 2 a 3 minutos**, seguida de água deionizada. Garante estabilização térmica e remoção de resíduos da corrida anterior.
- **Após a última corrida:** nebulizar solução ácida diluída seguida de água deionizada por 5 a 10 minutos. Previne cristalização de sais no interior do capilar durante o período de inatividade.
- **Registro de backpressure:** anotar o valor após aquecimento completo e comparar com o registro anterior. Variações superiores a 10% justificam inspeção preventiva da ponta.

Periodicidade de Manutenção

PROCEDIMENTO	FREQUÊNCIA	NÍVEL
Limpeza com Eluo (água morna)	Diária: matrizes agressivas	 ALTA
Inspeção da ponta com lupa	Semanal: ou após corridas pesadas	 MODERADA
Limpeza com Fluka RBS-25	Conforme necessidade identificada	 MODERADA
Verificação do tubo da bomba peristáltica	Semanal: desgaste e tensão	 MODERADA
Verificação da conexão de argônio	Quinzenal: ou após troca de componente	 BAIXA
Registro no log de manutenção	A cada: intervenção	 ALTA

Rotina operacional e acessórios de suporte

Os acessórios de suporte da Glass Expansion desempenham um papel fundamental na manutenção da estabilidade analítica e na prevenção de falhas em nebulizadores.

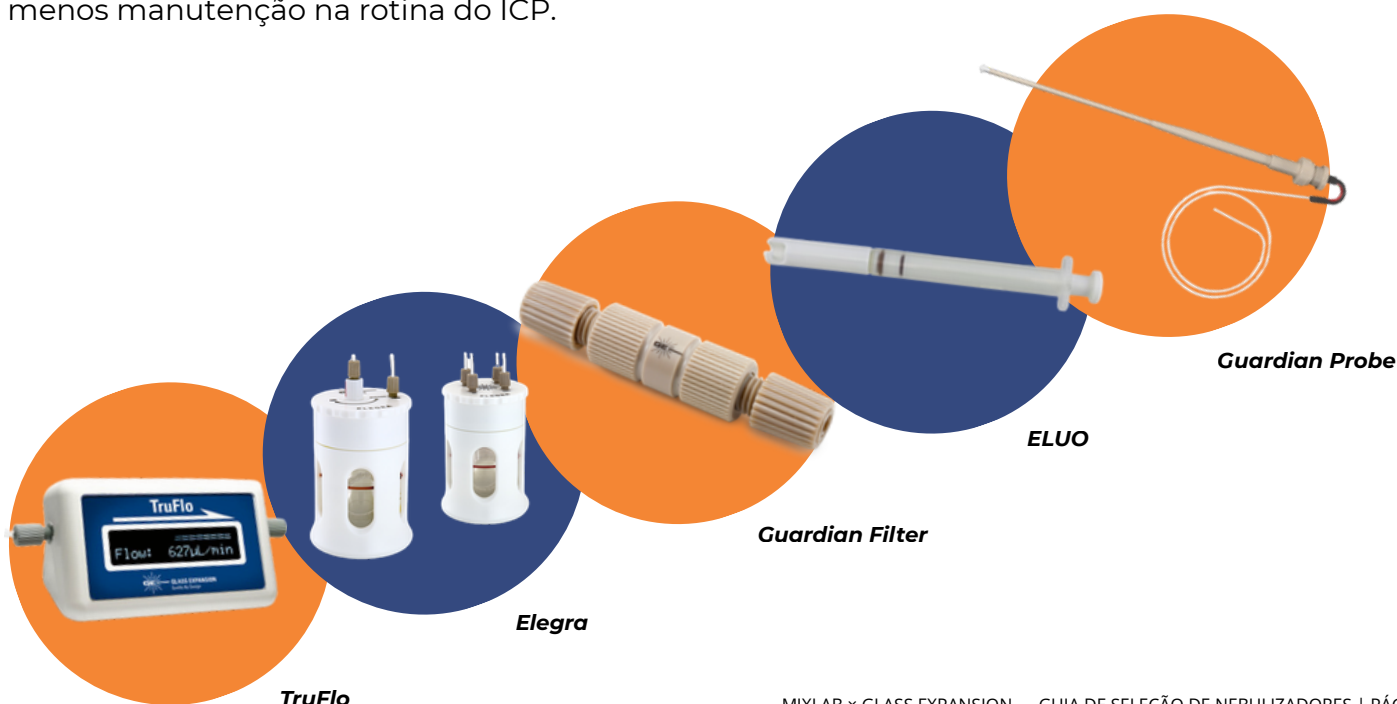
O **TruFlo** atua como um monitor de fluxo em tempo real, permitindo visualizar a vazão efetiva de amostra que chega ao nebulizador. Com isso, é possível identificar precocemente problemas como entupimentos parciais, desgaste do tubo da bomba peristáltica ou ajuste incorreto da braçadeira, antes mesmo que impactem os resultados analíticos.

O **Eluo** é uma ferramenta dedicada à limpeza de nebulizadores, projetada para aplicar soluções diretamente pelo capilar de forma segura e eficiente. Seu uso elimina a necessidade de métodos agressivos, como o ultrassom, que pode causar microfaturas em nebulizadores de vidro. Além disso, é compatível com diferentes materiais, como vidro, PEEK e PFA, garantindo versatilidade no laboratório.

O **Elegra** funciona como um umidificador de argônio, sendo especialmente indicado para análises com matrizes de alto TDS ou em corridas prolongadas. Ao umidificar o gás antes de sua chegada ao nebulizador, ele reduz a formação de depósitos de sal na ponta do capilar e no injetor da tocha, contribuindo para maior estabilidade operacional.

Já o **Filtro Guardian** é instalado em linha acoplado ao sistema de amostragem, com filtro integrado de 120 µm, responsável por reter partículas sólidas antes que atinjam o nebulizador. Esse acessório é essencial em amostras com digestão incompleta ou presença de precipitados, reduzindo significativamente o risco de entupimentos e aumentando a vida útil do equipamento.

A **Guardian Probe** é uma probe para autosampler com ponta contendo um filtro integrado que retém partículas, reduz carryover e entupimentos de capilar e nebulizador, melhora a transferência de líquidos e garante amostragem mais estável, com alta resistência química e menos manutenção na rotina do ICP.



Quando o diagnóstico aponta para uma causa estrutural

Quando as cinco etapas descritas neste guia são aplicadas corretamente e o problema persiste, a causa provável é estrutural. Isso indica incompatibilidade de material com a matriz, desgaste acumulado além da capacidade de recuperação por limpeza ou falha em outro componente do sistema de introdução de amostra que ainda não foi isolado.

Indicadores de problema estrutural

Mesma ocorrência em intervalos regulares, independentemente da limpeza realizada:

Padrão de recorrência indica causa sistêmica, não pontual

Backpressure instável após substituição por nebulizador novo:

O problema está no sistema de gás ou na câmara de nebulização, não no nebulizador

RSD elevado em múltiplos nebulizadores consecutivos:

Investigar câmara de nebulização, tubo da bomba e vedação do sistema

Vida útil do nebulizador significativamente abaixo do esperado:

Compatibilidade de material com a composição real da matriz deve ser reavaliada

Degradação visual acelerada no corpo ou no capilar:

Provável exposição a ácidos ou solventes incompatíveis com o material instalado

Quando o diagnóstico aponta para uma causa estrutural

Upgrade de modelo como solução definitiva

Entupimento recorrente com matrizes de alto TDS:

Migrar para SeaSpray (até 20% TDS) ou DuraMist (até 30% TDS)

Desgaste prematuro em análises com HF:

Migrar para DuraMist (HF até 5%) ou OpalMist (qualquer concentração de HF)

Entupimento recorrente com suspensões ou óleos:

Migrar para Slurry (até 280 μm) ou VeeSpray cerâmico (até 550 μm)

RSD estruturalmente elevado:

Verificar se o modelo e o código instalados correspondem ao fluxo de argônio e à vazão de amostra do método

Ruído de fundo elevado em análises de ultra-trace:

Migrar para OpalMist PFA, que oferece o menor background elementar disponível na linha

Suporte técnico especializado

A equipe técnica da Mixlab oferece análise de falhas recorrentes, indicação do modelo correto para cada aplicação e fornecimento do código exato de pedido para o instrumento em uso. Para agilizar o atendimento, tenha em mãos: fabricante e modelo do ICP, tipo de amostra, TDS estimado e presença ou não de HF.

Falar com
Especialista

MIXLAB x GLASS EXPANSION — GUIA DE SELEÇÃO DE NEBULIZADORES | PÁGINA 14

vendas@mixlab.com.br | **mixlab.com.br**