



# ELABORAÇÃO DE LOTE ANALÍTICO, EDIÇÃO DE MÉTODO E PROCESSAMENTO DE AMOSTRA NO SOFTWARE ISODAT

Bruno Varella Motta da Costa, Gilvan Takeshi Yogui

Para fins de referência, este documento pode ser citado como:

Costa, B.V.M.; Yogui, G.T. 2017. Elaboração de lote analítico, edição de método e processamento de amostra no software Isodat. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2017-03, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 12p.

Os protocolos do OrganoMAR estão disponíveis na internet através do site  
[www.ufpe.br/organomar](http://www.ufpe.br/organomar) (clicar em Publicações → Protocolos)



## 1 PROPÓSITO

1.1 Este documento descreve procedimentos para elaboração de lote analítico, edição de método e processamento de amostras no software Isodat (Thermo Scientific). Este programa é utilizado para analisar amostras e processar dados no sistema de análise elementar acoplado a espectrometria de massas de razão isotópica (EA-IRMS). Tais procedimentos são rotineiramente utilizados no âmbito do Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos (OrganoMAR) do Departamento de Oceanografia (DOCEAN) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

## 2 SUMÁRIO DO PROCEDIMENTO

2.1 Este protocolo descreve a elaboração de lote de análise no EA-IRMS, incluindo amostras de controle de qualidade. A edição e seleção de método de análise também são abordados, com especial atenção à diluição do gás de arraste em função do tipo de amostra e seu percentual de carbono e nitrogênio. Por fim, o protocolo descreve o processamento dos resultados e o cálculo dos parâmetros do controle de qualidade (precisão e exatidão) do lote de análise.

## 3 EQUIPAMENTOS E MATERIAIS

3.1 Especificações do analisador elementar (em inglês, *Elemental Analyzer* - EA)

3.1.1 Marca: EuroVector

3.1.2 Modelo: EA3000 Single

3.1.3 Capacidade por lote de análise: 39 amostras

3.2 Especificações do espectrômetro de massas de razão isotópica (em inglês, *Isotope Ratio Mass Spectrometer* - IRMS)

3.2.1 Marca: Thermo Scientific

3.2.2 Modelo: Delta V Advantage

3.2.3 Software: Isodat

3.2.3.1 Versão: 3.0.0.83

3.3 Especificações dos materiais de referência certificados

3.3.1 Sedimento certificado para análises elementares e isotópicas de carbono e nitrogênio (IVA Analysentechnik; *sediment - high organic*; cód. IVA33802151)



- 3.3.1.1** C = 9,15% (incerteza: 0,12%)
- 3.3.1.2** N = 0,62% (incerteza: 0,02%)
- 3.3.1.3**  $\delta^{13}\text{C}$  = -26‰ (incerteza: 0,13‰)
- 3.3.1.4**  $\delta^{15}\text{N}$  = +4,5‰ (incerteza: 0,19‰)
- 3.3.2** Sedimento certificado para análises elementares de carbono e nitrogênio (IVA Analysentechnik; *sediment - certified*; cód. IVA33802150)
- 3.3.2.1** C = 7,17% (incerteza: 0,09%)
- 3.3.2.2** N = 0,57% (incerteza: 0,02%)
- 3.3.3** Microalga certificada para análises elementares de carbono e nitrogênio (IVA Analysentechnik; *algae - Spirulina*; cód. IVA33802162)
- 3.3.3.1** C = 45,17% (incerteza: 0,37%)
- 3.3.3.2** N = 9,98% (incerteza: 0,12%)
- 3.3.4** Folha de vegetal superior certificada para análises elementares de carbono e nitrogênio (IVA Analysentechnik; *birch leaf*; cód. IVA33802166)
- 3.3.4.1** C = 48,09% (incerteza: 0,51%)
- 3.3.4.2** N = 2,12% (incerteza: 0,06%)
- 3.4** Lista de materiais
- 3.4.1** Cápsula de estanho - 5 mm de diâmetro e 8 mm de altura (Elemental Microanalysis, cód. D1008 ou equivalente)
- 3.4.2** Cápsula de estanho - 6 mm de diâmetro e 12 mm de altura (Elemental Microanalysis, cód. D1012 ou equivalente)
- 3.4.3** Cápsula de prata - 5 mm de diâmetro e 8 mm de altura (Elemental Microanalysis, cód. D2030 ou equivalente)
- 3.4.4** Placa multipoços

## 4 PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO

### 4.1 Seleção e pesagem dos materiais de referência



- 4.1.1** Os materiais de referência fazem parte do controle de qualidade do lote de análise e devem ser escolhidos em função do tipo de amostra a ser analisada no EA-IRMS. O material de referência deve ser semelhante à matriz a ser investigada.
- 4.1.1.1** Caso venham a ser analisadas amostras de sedimento, solo ou material particulado em suspensão, deve-se selecionar um sedimento (IVA33802151 ou IVA33802150).
- 4.1.1.2** Caso venham a ser analisadas amostras de material particulado em suspensão, fitoplâncton, zooplâncton ou outros tecidos biológicos, deve-se selecionar a microalga (IVA33802162).
- 4.1.1.3** Caso venham a ser analisadas amostras de vegetais superiores ou outros tecidos biológicos, deve-se selecionar a folha de vegetal superior (IVA33802166).
- 4.1.2** Após seleção do material de referência adequado, faça a pesagem do mesmo na cápsula de estanho (ou prata) conforme descrito no item 7.1 do protocolo OrganoMAR-2017-02.
- 4.1.2.1** A massa ideal a ser pesada de cada material de referência varia em função de sua composição elementar. Quanto menor o percentual do elemento na amostra, maior será a massa necessária para análise.
- 4.1.2.1.1** Para material de referência de sedimento (IVA33802151 ou IVA33802150), pese aproximadamente 6 mg na balança microanalítica.
- 4.1.2.1.2** Para material de referência de microalga (IVA33802162), pese aproximadamente 0,5 mg na balança microanalítica.
- 4.1.2.1.3** Para material de referência de folha de vegetal superior (IVA33802166), pese aproximadamente 3 mg na balança microanalítica.
- 4.1.3** Após pesagem do material de referência, registre a massa da amostra no devido lote de análise do livro de registro "Análise Elementar e Isotópica", atribuindo a cada amostra um código identificador do controle de qualidade (CQXXXXX). Este código é retirado do livro de identidades "Controle de Qualidade".
- 4.1.3.1** Após registro da massa, armazene a amostra em uma placa multipoços. O poço no qual a amostra foi colocada deve ser registrado na coluna "Poço" do livro de registro "Análise Elementar e Isotópica".
- 4.2** **Elaboração do lote de análise**
- 4.2.1** Um lote de análise no sistema EA-IRMS é composto por até 39 amostras, conforme descrito no item 7.1 do protocolo OrganoMAR-2017-02.



- 4.2.2** As duas primeiras amostras do lote de análise devem ser materiais de referência. Estas amostras condicionarão o sistema para as análises seguintes.
- 4.2.3** A terceira amostra do lote de análise deve ser o branco da cápsula. Esta amostra avalia a contaminação das cápsulas de estanho (ou prata) por resíduos orgânicos.
- 4.2.4** As amostras de interesse (sedimento, tecido biológico, etc) devem ser inseridas entre a 4ª e 20ª posições do lote de análise, totalizando 17 amostras.
- 4.2.4.1** A 5ª amostra deve ser uma réplica da amostra inserida na 4ª posição. Esta amostra faz parte do controle de qualidade do lote analítico e, portanto, deve ser identificada com um código CQXXXXX.
- 4.2.5** A 21ª amostra do lote de análise deve ser outro material de referência.
- 4.2.6** Entre a 22ª e 38ª posições do lote de análise, outras amostras de interesse devem ser inseridas, totalizando mais 17 amostras.
- 4.2.7** Na 39ª posição do lote de análise deve ser inserido outro material de referência.
- 4.2.8** Registre todas as informações pertinentes do lote de análise no livro de registro "Análise Elementar e Isotópica".
- 4.2.9** A partir das informações contidas no livro de registro, preencha as informações pertinentes do lote de análise no software Isodat Acquisition. Na coluna "Accessories" do programa, procure a área "File Browser" deslizando a barra de rolamento para baixo. Na aba "Sequence", abra o arquivo "LOTE\_ANÁLISE.seq" clicando duas vezes com o botão esquerdo do mouse sobre o arquivo. Esse comando abrirá a tabela de sequência para a corrida de amostras.
- 4.2.10** Na coluna "Amount", insira a massa da amostra a ser analisada conforme especificado no livro de registro "Análise Elementar e Isotópica". A unidade de massa deve ser miligrama. Portanto, registre a massa da seguinte forma: XX.XXX mg.
- 4.2.10.1** Atente-se que o separador decimal na língua inglesa (padrão do software Isodat Acquisition) é o ponto. No padrão brasileiro, o separador decimal é a vírgula.
- 4.2.11** Na coluna "Type" indique o tipo de amostra que será analisada. Para tanto, clique com o botão esquerdo do mouse sobre seta da célula e selecione o tipo apropriado de amostra.
- 4.2.11.1** Para o primeiro material de referência do lote analítico, selecione "Reference". Para todos os demais materiais de referência, selecione "Sample".
- 4.2.11.2** Para o branco da cápsula, selecione "Blank".
- 4.2.11.3** Para as amostras de interesse, selecione "Sample".



- 4.2.12** Na coluna "Identifier 1", insira o código identificador da amostra que será analisada (CQXXXXX ou OMXXXXX).
- 4.2.13** Na coluna "Identifier 2", insira o número da posição da amostra no carrossel do amostrador automático do analisador elementar.
- 4.2.14** Nas colunas "Comment" e "Preparation", insira outras eventuais informações úteis para a identificação da amostra que será analisada.
- 4.2.15** Na coluna "Method", selecione o método de análise da amostra. Para selecioná-lo, clique com o botão esquerdo do mouse sobre a seta da célula e selecione o método apropriado.
- 4.2.15.1** No IRMS, os métodos de análise diferem quanto à diluição do gás hélio (0% a 98%) proveniente do EA. A diluição está relacionada ao volume de gás (N<sub>2</sub> ou CO<sub>2</sub>) produzido durante a combustão da amostra no reator do EA.
- 4.2.15.2** Para analisar os materiais de referência de sedimento, selecione o método "N2\_CO2\_MR\_Sedimento\_1.met".
- 4.2.15.3** Para analisar o material de referência de microalga, selecione o método "N2\_CO2\_MR\_Alga\_1.met".
- 4.2.15.4** Para analisar o material de referência de folha de vegetal superior, selecione o método "N2\_CO2\_MR\_Folha\_1.met".
- 4.2.15.5** Para analisar amostras de interesse de sedimento, selecione o método "N2\_CO2\_Amostra\_Sedimento\_1.met".
- 4.2.15.6** Para analisar amostras de interesse de material particulado em suspensão, selecione o método "N2\_CO2\_Amostra\_MPS\_1.met".
- 4.2.15.7** Para analisar amostras de interesse de tecidos animais, selecione o método "N2\_CO2\_Amostra\_Organismos\_1.met".
- 4.2.15.8** Para analisar amostras de interesse de tecidos vegetais, selecione o método "N2\_CO2\_Amostra\_Vegetal\_1.met".
- 4.2.15.9** Caso os métodos acima indicados não sejam adequados para análise de determinada amostra de interesse, siga as instruções descritas no item 4.3 deste protocolo.

### **4.3 Edição de método de análise**

- 4.3.1** Para criar um novo método de análise, abra o software Isodat Workspace.



- 4.3.2** Na área "File Browser", localizada na coluna "Accessories", escolha a aba "Method". Nesta aba estão gravados os métodos de análise para cada tipo de material de referência ou amostra de interesse a serem analisados.
- 4.3.3** Selecione e abra o arquivo "Novo\_Metodo.met". Este arquivo já contém os parâmetros básicos para análise no IRMS (conforme condicionamento do EA e de acordo com parâmetros definidos no método "IRMS").
- 4.3.3.1** Os parâmetros básicos para análise no IRMS incluem: 1) voltagem (mV) dos gases de referência; 2) tabela de eventos ao longo da corrida, ou seja, tempo total da corrida, tempo de injeção dos gases de referência e tempo de análise de cada gás (N<sub>2</sub> ou CO<sub>2</sub>); e 3) razões isotópicas (‰) e tempos (s) de referência para cálculo da razão isotópica nos gases resultantes da combustão da amostra.
- 4.3.4** Na aba "Instrument", encontre a caixa intitulada "Auto Dilution". Nesta caixa, certifique-se que o modo de diluição escolhido é "Fixed".
- 4.3.4.1** O modo de diluição "Fixed" possibilita a definição de diluição percentual adequada para análise de determinada amostra.
- 4.3.4.2** O modo de diluição "Fixed" exibe duas colunas: a primeira contém a intensidade do gás de referência N<sub>2</sub> ("Reference Intensity", mV) e a diluição percentual desse gás resultante da combustão da amostra ("Sample Dilution", %); a segunda contém a intensidade do gás de referência CO<sub>2</sub> ("Reference Intensity", mV) e a diluição percentual desse gás resultante da combustão da amostra ("Sample Dilution", %).
- 4.3.5** Na célula "Reference Intensity (mV)" relativa ao N<sub>2</sub>, defina a intensidade desejada para esse gás de referência.
- 4.3.5.1** Em geral, a intensidade ideal do gás de referência N<sub>2</sub> varia de 2000 a 5000 mV.
- 4.3.6** Na célula "Sample Dilution (%)" relativa ao N<sub>2</sub>, defina a diluição ideal da amostra (variando de 0 a 98%) para o novo método de análise.
- 4.3.6.1** Em geral, a diluição ideal do N<sub>2</sub> é 0%.
- 4.3.7** Na célula "Reference Intensity (mV)" relativa ao CO<sub>2</sub>, defina a intensidade desejada para esse gás de referência.
- 4.3.7.1** Em geral, a intensidade ideal do gás de referência CO<sub>2</sub> é 5000 mV.
- 4.3.8** Na célula "Sample Dilution (%)" relativa ao CO<sub>2</sub>, defina a diluição ideal da amostra (variando de 0 a 98%) para o novo método de análise.
- 4.3.8.1** Em geral, a diluição ideal do CO<sub>2</sub> varia entre 70 e 90%.



- 4.3.9** Após definição da diluição, salve o novo método. No menu do Isodat Workspace, clique com o botão esquerdo do mouse na seta do ícone "Save" e selecione "Save as".
- 4.3.9.1** Nomeie o novo método indicando as seguintes informações: gás a ser analisado (N<sub>2</sub> e/ou CO<sub>2</sub>); indicação de análise de amostra de interesse (Amostra); tipo de amostra a ser analisada (ex.: sedimento, organismo) e, caso haja algum método previamente salvo para aquele tipo de amostra, continue a numeração existente ao final do método.
- 4.3.9.2** Dessa forma, o nome final do arquivo será conforme a seguir: "N2\_CO2\_(MR ou Amostra)\_(Sedimento, Organismo ou outro)\_X.met", onde X representa a sequência da numeração.
- 4.3.10** Após registro do lote de análise no software Isodat Acquisition, inicie a análise do lote conforme descrito no item 7.2 do protocolo OrganoMAR-2017-02.
- 4.3.11** Após finalização das análises do lote, faça a exportação dos resultados para um arquivo Excel (\*.xls). Para tanto, selecione os arquivos com os resultados do lote analítico. Para selecioná-los, clique com o botão direito do mouse sobre o primeiro arquivo para destacá-lo em azul. No teclado do computador, aperte a tecla "Shift" e com a seta para baixo selecione todos os arquivos restantes.
- 4.3.12** Após selecionar todos os arquivos, clique com o botão esquerdo do mouse sobre a coluna em destaque e selecione "Re-Process". Esse comando abrirá a caixa "Re-Process" e permitirá escolher o formato para exportação dos resultados (por exemplo, para o Excel utiliza-se a extensão .xls).
- 4.3.13** Na caixa "File Name", especifique o nome do arquivo Excel com o código de identificação do lote de análise (isto é, EA-XXXX). Após definir o nome do arquivo, clique em "Add" para selecionar o modelo "Lote de Análise.wke". Clique em "OK" para iniciar a exportação dos resultados no modelo do Excel.

#### **4.4 Processamento dos resultados**

- 4.4.1** Após exportar os resultados do lote de análise, abra o arquivo Excel. O caminho especificado para encontrar este arquivo é "C:\Thermo\Isodat NT\Global\User\Conflo IV Interface\TC EA Device\Results\EA-XXXX", onde XXXX corresponde ao número do lote analítico.
- 4.4.2** O processamento dos resultados exportados inclui: 1) cálculo do fator de resposta - fator K - do IRMS necessário para cálculo do percentual elementar (%N e %C) das amostras analisadas; 2) cálculos de exatidão e precisão das análises do material de referência; 3) cálculo dos percentuais elementares nas amostras analisadas; 4) correção das razões isotópicas ( $\delta^{15}\text{N}$  e  $\delta^{13}\text{C}$ ) das amostras após avaliação da contaminação no branco da cápsula; e 5) avaliação da precisão da análise elementar e isotópica nas amostras de interesse.





- 4.4.3** Calcule o fator de resposta (fator K) do IRMS.
- 4.4.3.1** O fator de resposta do IRMS é a relação entre a massa de N ou C (em mg) e a área dos respectivos picos (N<sub>2</sub> ou CO<sub>2</sub>) resultantes da combustão da amostra.
- 4.4.3.2** No arquivo Excel, localize a coluna "Weight (mg)". Nesta coluna, digite a massa (mg) de cada amostra analisada no lote de análise.
- 4.4.3.3** Em seguida, destaque os resultados relativos ao primeiro material de referência analisado no lote. Esse material de referência foi selecionado como "Reference" na sequência do lote de análise.
- 4.4.3.4** Na coluna "Area All", encontre as áreas dos picos de N<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> resultantes da combustão do primeiro material de referência.
- 4.4.3.5** Calcule o fator K do N<sub>2</sub> a partir da fórmula descrita no item 4.5.1 deste protocolo.
- 4.4.3.6** Calcule o fator K do CO<sub>2</sub> a partir da fórmula descrita no item 4.5.2 deste protocolo.
- 4.4.4** Calcule exatidão e precisão das análises do material de referência
- 4.4.4.1** A exatidão da análise elementar do material de referência equivale à proximidade entre o valor medido no IRMS e o seu valor certificado.
- 4.4.4.1.1** A exatidão da análise elementar será calculada a partir da média dos percentuais elementares dos três materiais de referência selecionados no lote de análise como "Sample".
- 4.4.4.2** A exatidão da análise elementar do material de referência é calculada em termos percentuais a partir da fórmula descrita no item 4.5.3 deste protocolo.
- 4.4.4.2.1** A exatidão da análise elementar do material de referência deve estar entre 90 e 110% para validar o lote de análise.
- 4.4.4.3** A precisão das análises elementar e isotópica equivale ao desvio padrão dos resultados reportados para o material de referência no lote de análise.
- 4.4.4.3.1** A precisão da análise elementar será calculada a partir dos percentuais elementares dos três materiais de referência selecionados no lote de análise como "Sample".
- 4.4.4.3.2** A precisão da análise isotópica será calculada a partir das razões isotópicas dos quatro materiais de referência inseridos no lote de análise.
- 4.4.4.4** Calcule o desvio padrão dos resultados utilizando a função DESVPAD existente no Excel.



- 4.4.4.4.1** O desvio padrão das análises elementares deve ser menor que 0,5% para considerar válido o resultado do lote de análise.
- 4.4.4.4.2** O desvio padrão das análises isotópicas deve ser menor que 0,5‰ para considerar válido o resultado do lote de análise.
- 4.4.5** Calcule os percentuais elementares nas amostras.
- 4.4.5.1** Os percentuais dos elementos carbono e nitrogênio nas amostras são calculados a partir dos fatores de resposta (K) reportados na análise do material de referência classificado como "Reference".
- 4.4.5.2** Caso haja alguma contaminação de resíduos orgânicos na cápsula do branco, a área dos picos de N<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> produzidos pela combustão da mesma deverá ser subtraída dos picos resultantes da combustão das amostras.
- 4.4.5.3** Os percentuais elementares corrigidos são calculados a partir das fórmulas descritas nos itens 4.5.4 e 4.5.5 deste protocolo.
- 4.4.6** Corrija as razões isotópicas a partir da contaminação no branco da cápsula.
- 4.4.6.1** As razões isotópicas das amostras são corrigidas para a contaminação residual no branco da cápsula, considerando tanto a área quanto a razão isotópica dos picos produzidos pela combustão da mesma.
- 4.4.6.2** A correção manual das razões isotópicas é feita a partir das fórmulas descritas no item 4.5.6 deste protocolo.
- 4.4.7** Avalie a precisão das análises nas amostras de interesse.
- 4.4.7.1** A precisão da análise elementar e isotópica nas amostras de interesse é feita a partir dos resultados reportados para a amostra original (código OMXXXXX) inserida na 4ª posição do carrossel do amostrador automático e sua amostra duplicata (código CQXXXXX) inserida na 5ª posição do carrossel.
- 4.4.7.2** Calcule o desvio padrão das análises das amostras original (ORI) e duplicata (DUP) utilizando a função DESVPAD existente no Excel.
- 4.4.7.2.1** O desvio padrão das análises elementares deve ser menor que 0,5% para considerar válido o resultado do lote de análise.
- 4.4.7.2.2** O desvio padrão das análises isotópicas deve ser menor que 0,5‰ para considerar válido o resultado do lote de análise.

## **4.5 Fórmulas empregadas nos cálculos**



#### 4.5.1 Fator de resposta (K) do N<sub>2</sub>

$$K_{N_2} = \frac{m_{MR} \times N}{A_{N_2}}$$

Onde: K<sub>N<sub>2</sub></sub> = fator de resposta (K) do gás nitrogênio  
m<sub>MR</sub> = massa do material de referência (mg)  
N = teor do elemento nitrogênio no material de referência (%)  
A<sub>N<sub>2</sub></sub> = área do pico do gás nitrogênio no material de referência

#### 4.5.2 Fator de resposta (K) do CO<sub>2</sub>

$$K_{CO_2} = \frac{m_{MR} \times C}{10 \times A_{CO_2}}$$

Onde: K<sub>CO<sub>2</sub></sub> = fator de resposta (K) do gás carbônico  
m<sub>MR</sub> = massa do material de referência (mg)  
C = teor do elemento carbono no material de referência (%)  
A<sub>CO<sub>2</sub></sub> = área do pico do gás carbônico no material de referência

#### 4.5.3 Exatidão das análises elementares do material de referência

$$E = \frac{M}{V_c} \times 100$$

Onde: E = exatidão da análise elementar (%)  
M = média dos resultados no material de referência (%)  
V<sub>c</sub> = valor certificado no material de referência (%)

#### 4.5.4 Correção do percentual de nitrogênio em relação à contaminação do branco

$$N = \frac{K_{N_2} \times (A_{N_2} - A_{BCO})}{m_{AM}}$$

Onde: N = teor de nitrogênio na amostra corrigido em relação ao branco (%)  
K<sub>N<sub>2</sub></sub> = fator de resposta do gás nitrogênio  
A<sub>N<sub>2</sub></sub> = área do pico do gás nitrogênio na amostra  
A<sub>BCO</sub> = área do pico do gás nitrogênio no branco  
m<sub>AM</sub> = massa da amostra (mg)

#### 4.5.5 Correção do percentual de carbono em relação à contaminação do branco

$$C = 10 \times \frac{K_{CO_2} \times (A_{CO_2} - A_{BCO})}{m_{AM}}$$

Onde: C = teor de carbono na amostra corrigido em relação ao branco (%)



$K_{CO_2}$  = fator de resposta do gás carbônico  
 $A_{CO_2}$  = área do pico do gás carbônico na amostra  
 $A_{BCO}$  = área do pico do gás carbônico no branco  
 $m_{AM}$  = massa da amostra (mg)

#### 4.5.6 Correção da razão isotópica ( $\delta^{13}C$ ou $\delta^{15}N$ ) em relação à contaminação do branco

$$\delta_{COR} = \frac{(\delta_{AM} \times A_{AM}) - (\delta_{BCO} \times A_{BCO})}{A_{AM} - A_{BCO}}$$

Onde:  $\delta_{COR}$  = razão isotópica corrigida da amostra (‰)  
 $\delta_{AM}$  = razão isotópica da amostra antes da correção (‰)  
 $A_{AM}$  = área do pico do analito na amostra  
 $\delta_{BCO}$  = razão isotópica do branco (‰)  
 $A_{BCO}$  = área do pico do analito no branco

## 5 LITERATURA RELEVANTE

- 5.1 Carter, J.F.; Barwick, V.J. 2011. Good practice guide for isotope ratio mass spectrometry. Forensic Isotope Ratio Mass Spectrometry Network (FIRMS), Bristol, UK, 41p. Available at <http://www.forensic-isotopes.org/gpg.html>, accessed on 30-Jan-2017.
- 5.2 Costa, B.V.M.; Yogui, G.T. 2017. Condicionamento, calibração e análise de amostras no analisador elementar acoplado a espectrômetro de massas de razão isotópica. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2017-02, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 25p.

## 6 LISTA DE REVISÕES

Revisão	Data	Descrição
1	18/09/2017	Publicação inicial do protocolo