ANÁLISE INSTRUMENTAL

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

(TEORIA)

(1ª PARTE)

- Prof. Dr. Antônio Aarão Serra
- Profa. Dra. Jayne Carlos de Souza Barboza

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **PLANO DE AULA:**
  - **Introdução**
  - **Introdução da Amostra**
  - **Fotometria de Chama**
  - **Plasma (ICP/OMS)**
  - **Plasma (ICP/MS)**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **HISTÓRICO:**
- **1802, Wollaston ... Estudos do espectro da luz solar**
- **1814, Fraunhofer ... Descobriu raias visíveis no espectro solar**
- **1832, Brewster ... Concluiu que as raias de Fraunhofer eram devidas à presença de vapores na atmosfera**
- **1860, Kirchoff ... Desenvolve a Lei fundamental da Absorção Atômica: "todos os corpos podem absorver radiação que eles próprios emitem"**
- **1902, Wood ... Demonstra o fenômeno de absorção e emissão atômica**
- **1955, Alan Walsh ... Primeira proposta instrumental**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **TIPOS DE ESPECTROMETRIA ATÔMICA**
- **Existem três tipos principais de métodos espectrométricos para identificação de elementos presentes em amostras e determinação de suas concentrações:**
- **(1) Espectrometria óptica (Atômização);**
- **(2) Espectrometria de massa (Atômização);**
- **(3) Espectrometria de Raios-X (Independe).**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- (1) Espectrometria atômica óptica
  - Absorção atômica.
    - Utiliza a absorção de radiação eletromagnética: $A = ebC$.
  - Emissão atômica.
    - Utiliza a emissão de radiação eletromagnética: $I = kC$.
  - Fluorescência atômica.
    - Similar a fotoluminescência molecular, mas em nível atômico.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

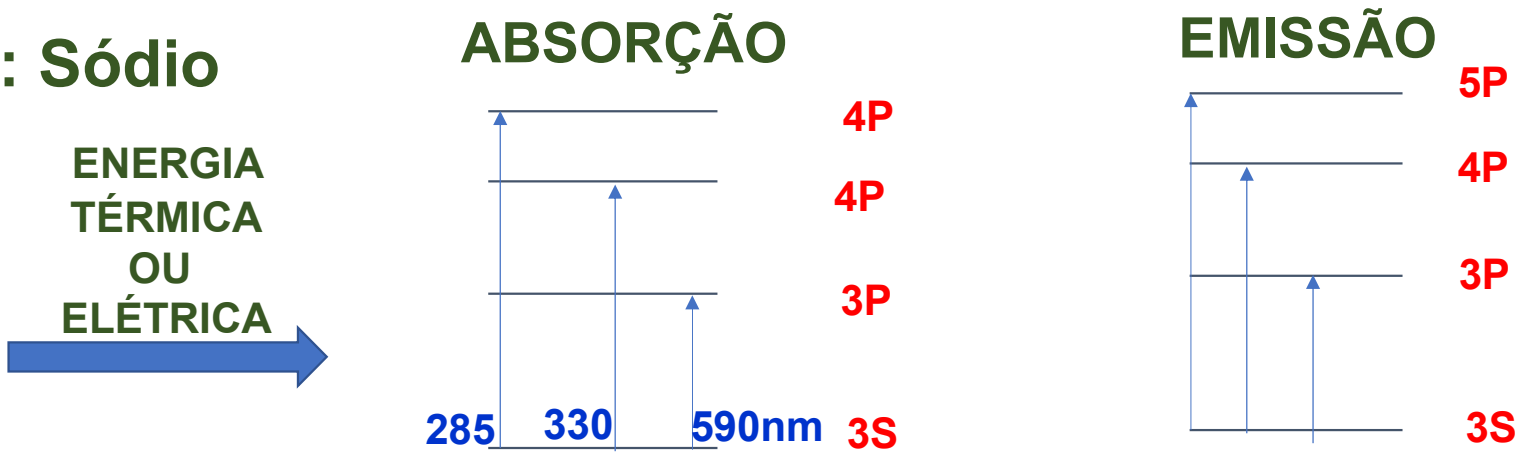
- **(2) Espectrometria de massa atômica**
  - **Utiliza a relação m/z (massa/carga) dos elementos, a técnica consegue distinguir os vários isótopos dos elementos.**

- **(3) Espectrometria atômica de raios-X**
  - **Utiliza as medidas de absorção, emissão, espalhamento, fluorescência e difração de raios-X.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA**
- **PRINCIPIOS BASICOS:**
- **Kirchoff (1860): "todos os corpos podem absorver radiação que eles próprios emitem"**
- **Conjunto de técnicas fundamentadas na interação entre a radiação e os átomos no estado livre.**

- **Ex.: Sódio**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Considerações gerais

- Espectrometria de Absorção Atômica (AAS).
- Espectrometria de Emissão Atômica (AES ou OES).
- Nos dois métodos há necessidade de atomização da amostra. Assim, esta é uma etapa de grande importância para a qualidade do método.
- A introdução da amostra é outro fator importante e tem sido considerada o "calcanhar de Aquiles" da espectrometria atômica.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

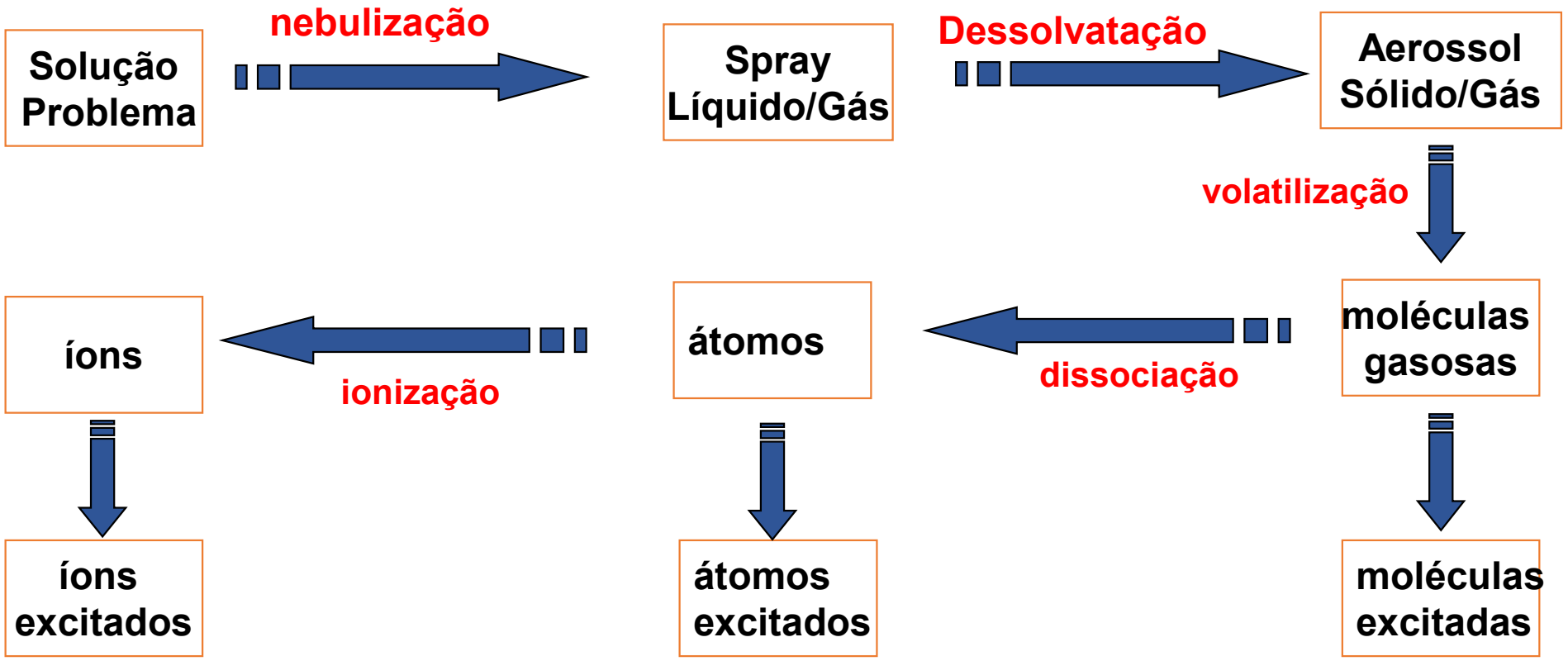
ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Considerações gerais

- O objetivo do sistema de introdução de amostra é transferir para o sistema de atomização uma porção reprodutível e representativa de uma amostra, o que depende fortemente do estado físico e químico do analito e da matriz da amostra.
- Introdução de amostras sólidas de materiais refratários, acaba sendo o problema principal do método.
- Introdução de amostras em solução, em geral, são menos sujeitas a problemas.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)
ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Considerações gerais



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Considerações gerais

- **INTRODUÇÃO DA AMOSTRA:**

MÉTODO	TIPO DE AMOSTRA
Nebulização pneumática	Solução ou pasta fluída
Nebulização ultra-sônica	Solução
Vaporização eletrotérmica	Sólido, líquido, solução
Geração de hidretos	Solução de certos elementos
Inserção diretacc	Sólido, pó
Ablação por laser	Sólido, metal
Ablação por centelha ou arco	Sólido condutor
Lançamento de partículas por descarga de emissão	Sólido condutor

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Considerações gerais

- **TIPOS DE ATOMIZADORES:**

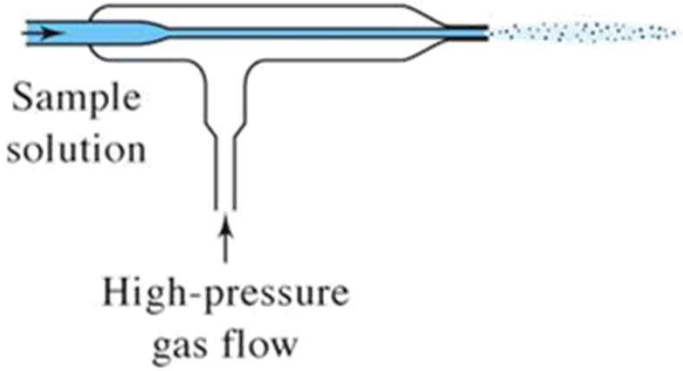
TIPO DE ATOMIZADOR	TEMPERATURA TÍPICA DE ATOMIZAÇÃO, °C
Chama	1700 - 3150
Vaporização eletrotérmica	1200 - 3000
Plasma de argônio indutivamente acoplado - ICP	4000 - 6000
Plasma de argônio de corrente contínua - DCP	4000 - 6000
Plasma de argônio induzido por microondas - MIP	2000 - 3000
Plasma de descarga de emissão - GDP	Não-térmica
Arco elétrico	4000 - 5000
Centelha elétrica	40.000 (?)

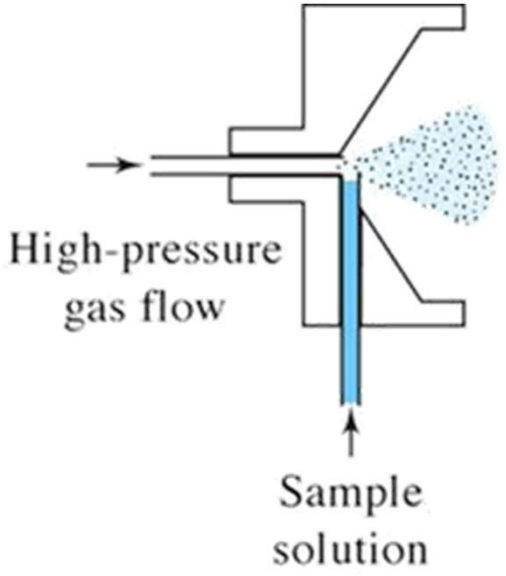
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Métodos de introdução de amostra

- **Nebulizadores pneumáticos:** A amostra líquida é sugada através de um tubo capilar pelo fluxo de um gás à alta pressão em torno da ponta do tubo (efeito Bernoulli).





ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Métodos de introdução de amostra

- **Nebulizadores ultra-sônicos:** Similar aos nebulizadores para inalação, os aerossóis são produzidos na superfícies de um cristal piezelétrico de quartzo que vibra a uma frequência de 20 kHz a vários MHz.

- **Vaporizadores eletrotérmicos (ETV):** A amostra é colocada em um condutor de eletricidade (carbono-grafite ou um filamento tântalo) e, pela passagem de uma corrente elétrica, é rapidamente evaporada em um fluxo de argônio. Em contraste aos nebulizadores, a introdução não é contínua.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

Métodos de introdução de amostra

- **Técnicas de geração de hidretos:** Trata-se de um método para introdução de amostras que contém As, Sb, Sn, Se, Bi e Pb em um atomizador na forma de gás. Os limites de detecção para eles elementos são melhorados por um fator de 10 a 100. A introdução também não é contínua.

- **Ablação por centelha ou arco:** Descargas elétricas de vários tipos são usadas. A interação da descarga com a superfície de uma amostra sólida (condutora ou misturada com um condutor) gera uma nuvem de vapor e matéria particulada que é transportada para o atomizador por um gás inerte. O sinal será contínuo ou discreto dependendo da amostra.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA ÓTICA

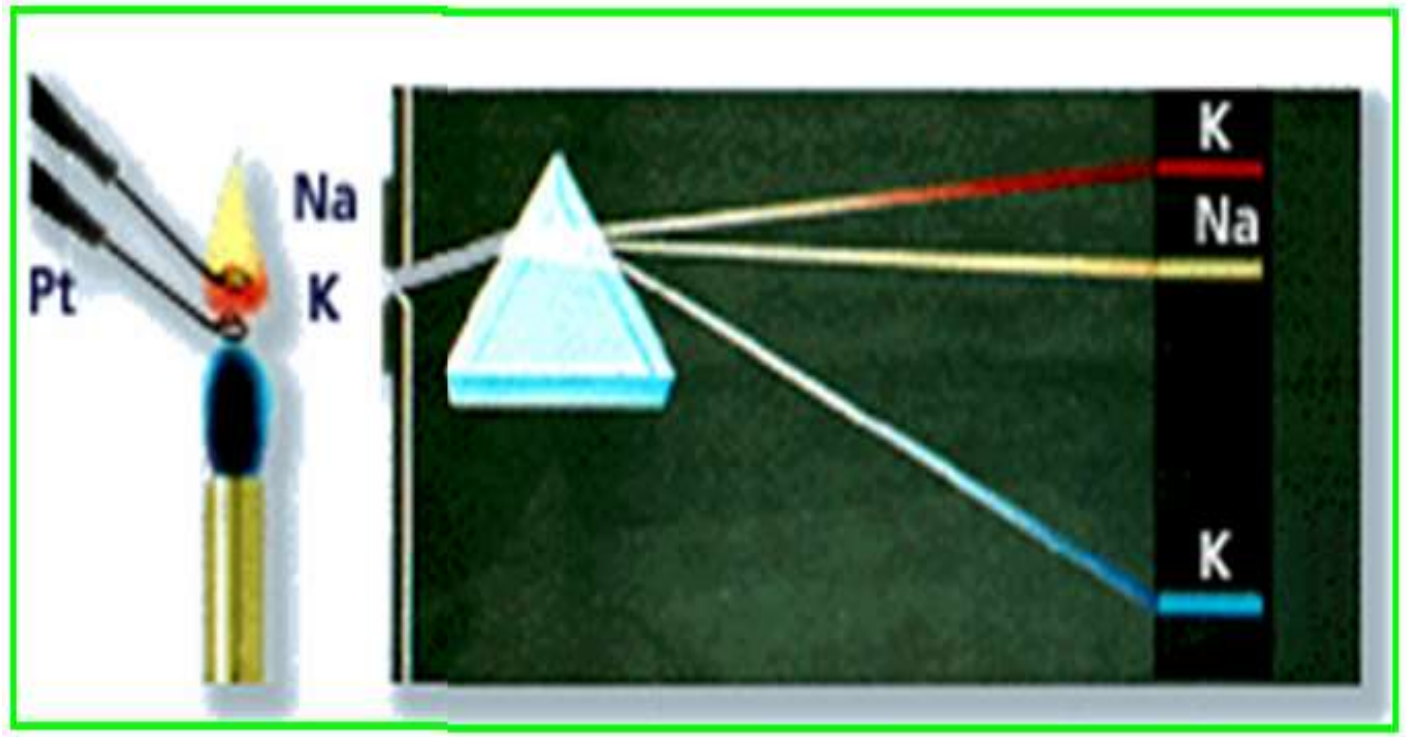
Métodos de introdução de amostra

- **Introdução direta:** Sólidos finamente divididos podem ser introduzidos diretamente no atomizador.

- **Ablação por laser:** Método relativamente novo e versátil. Similar à ablação com arco e centelha, um feixe de laser focalizado, de energia suficiente, é dirigido à superfície da amostra sólida, na qual ocorre a formação da nuvem que é levada para o atomizador. Pode ser usada para materiais condutores ou não, amostras orgânicas e inorgânicas e materiais metálicos em pó.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

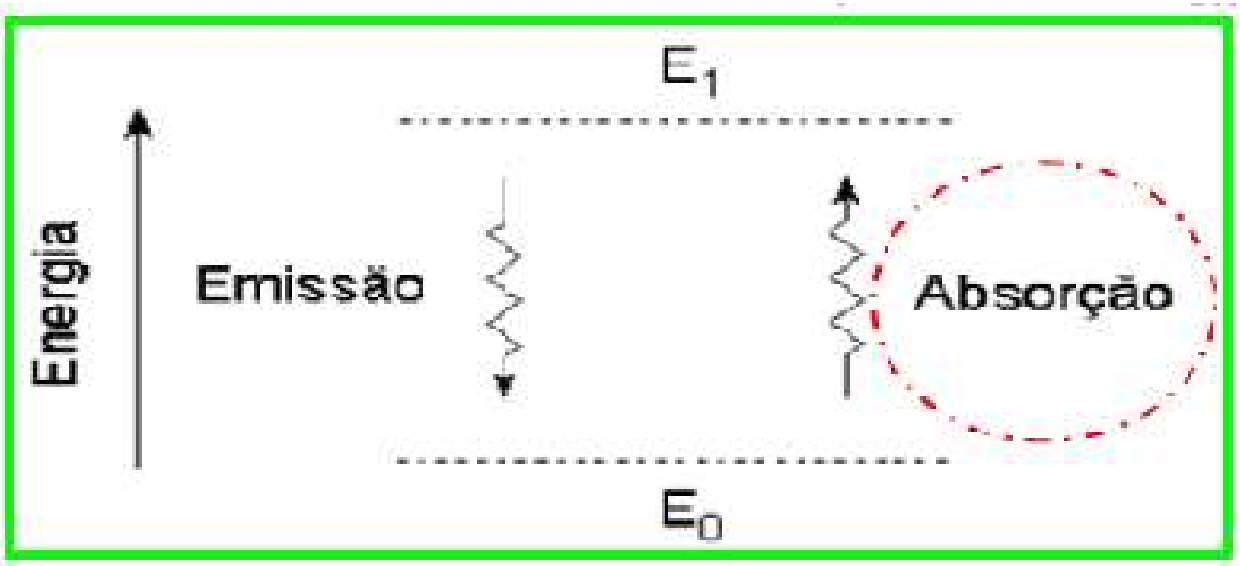
ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

- **PRINCÍPIO DA TÉCNICA: Átomos neutros, excitados por uma fonte de calor emitem luz em λs específicos →** $I_{em} = k\ c$
- **Emissão molecular → Espectro de bandas (~100 nm).**
- **Emissão atômica → Espectro de linhas (0,001 nm).**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

FOTOMETRIA DE CHAMA

Fonte de emissão por chama

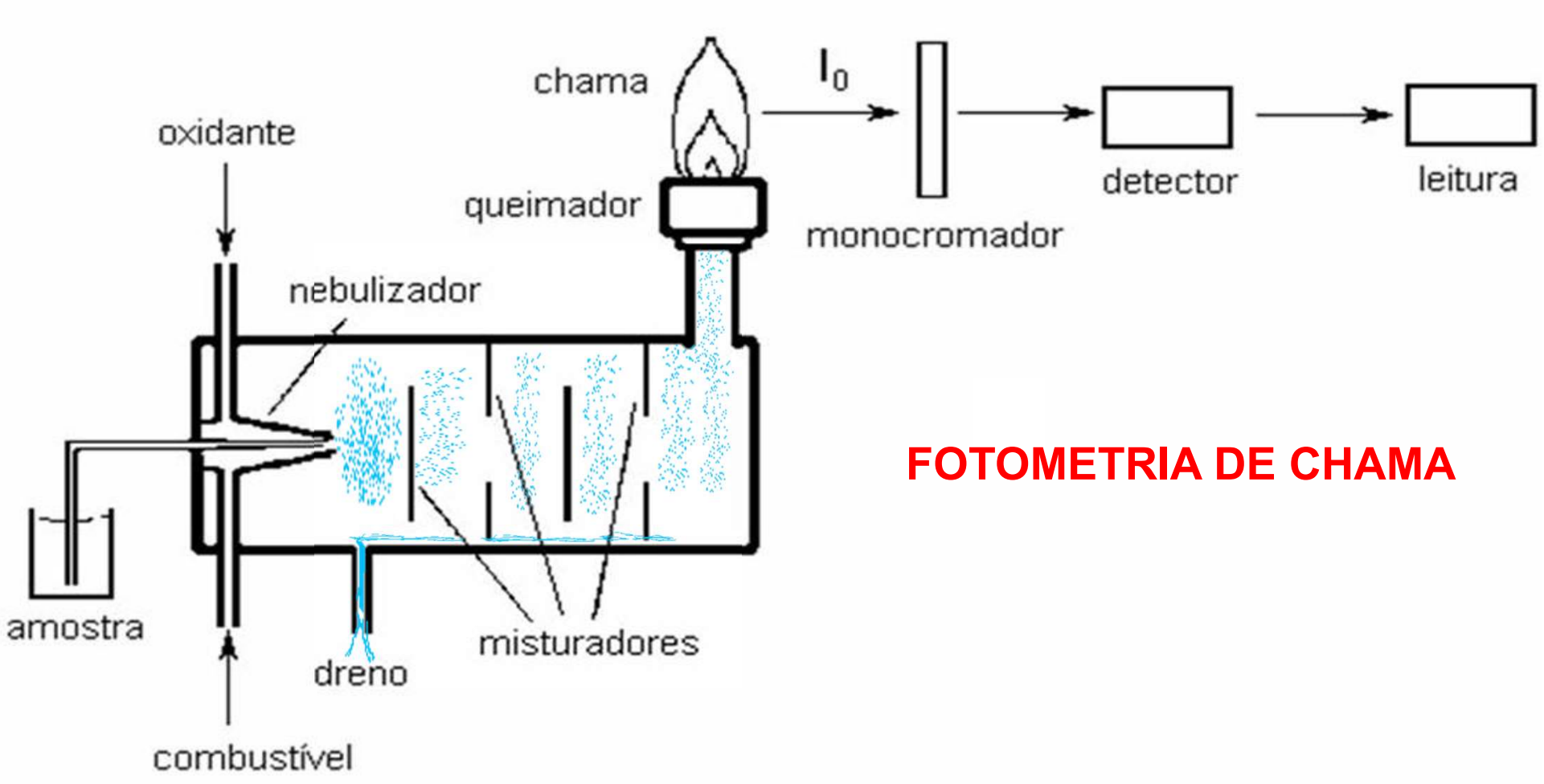
- A chama é responsável por fornecer a energia necessária para a excitação dos átomos.

- É possível analisar poucos elementos químicos (Grupos I e II).



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

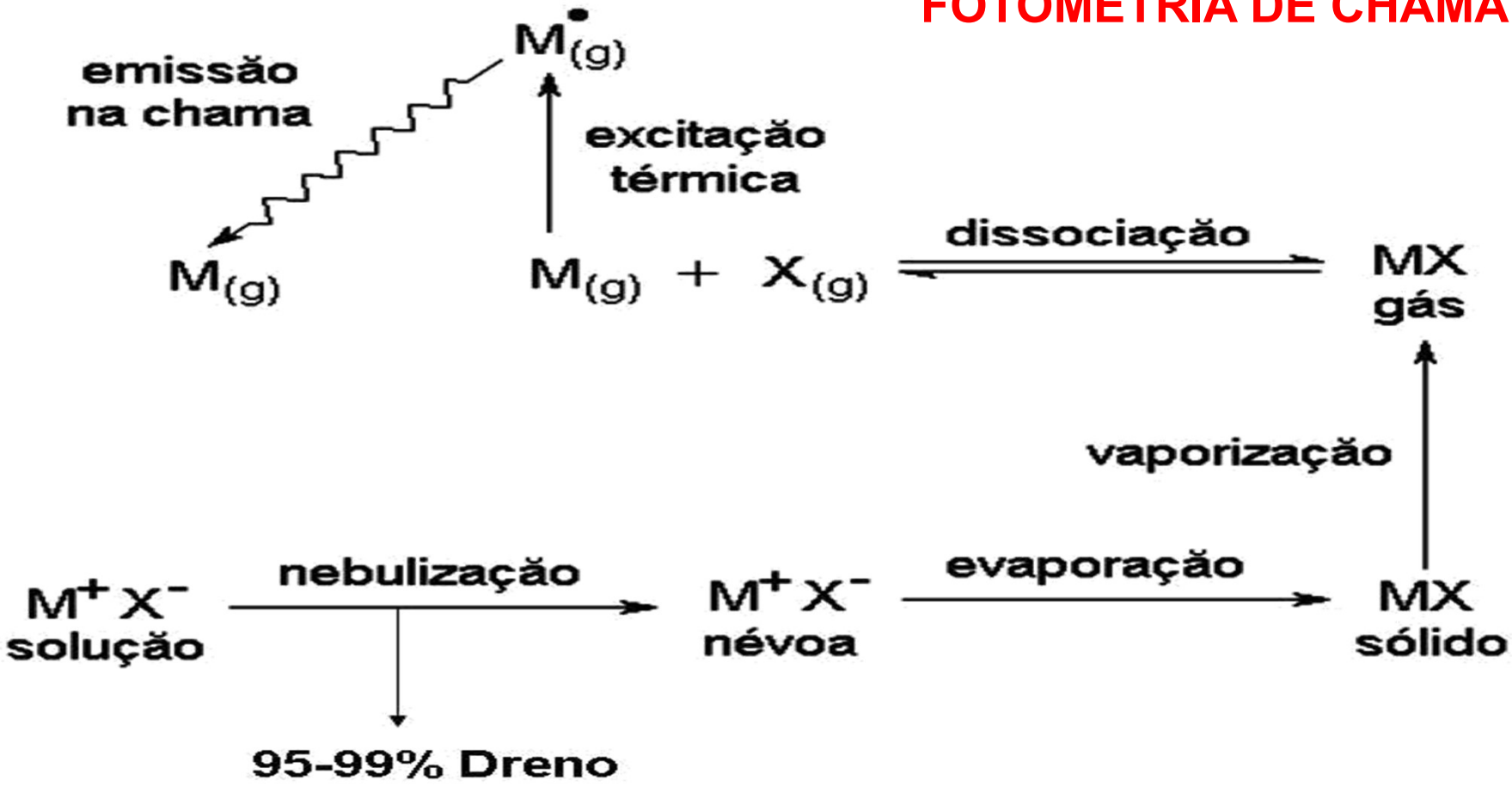
ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA



FOTOMETRIA DE CHAMA

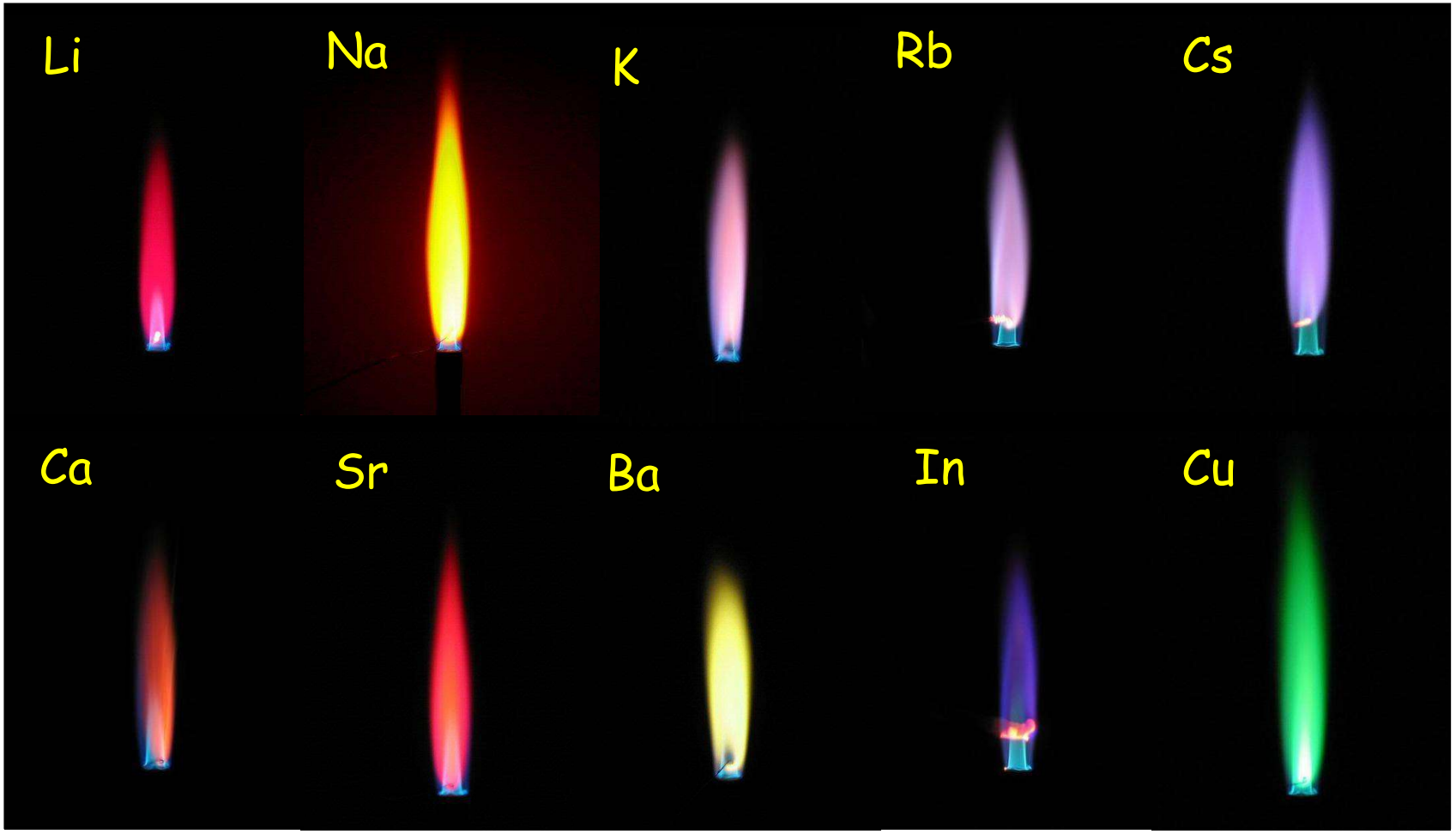
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)
ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

FOTOMETRIA DE CHAMA



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

Emissão de alguns elementos na chama



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

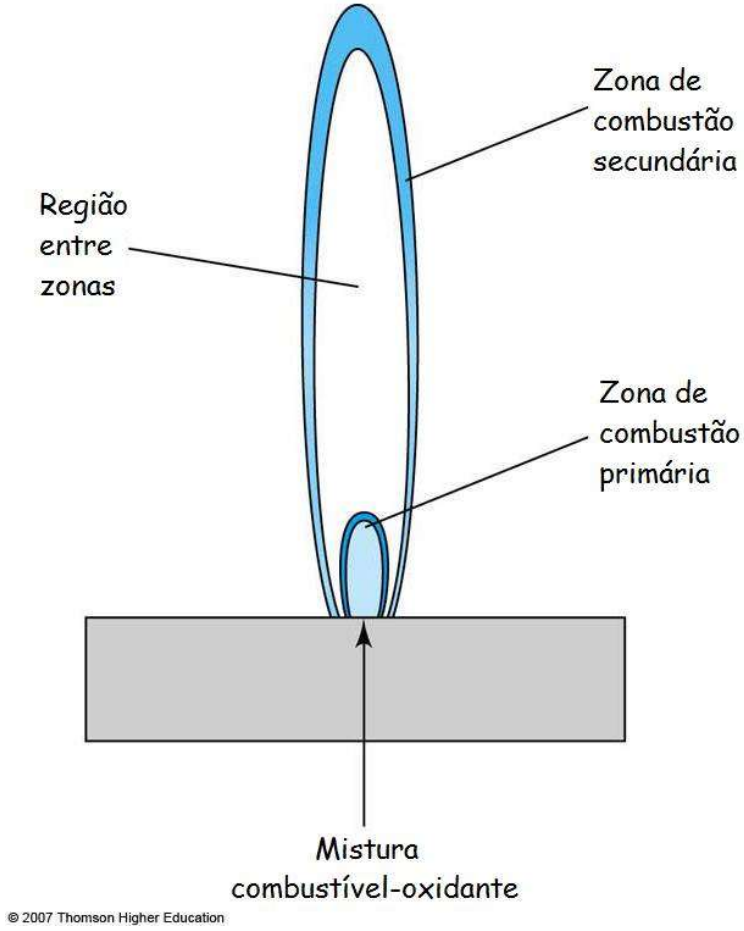
Composição da chama

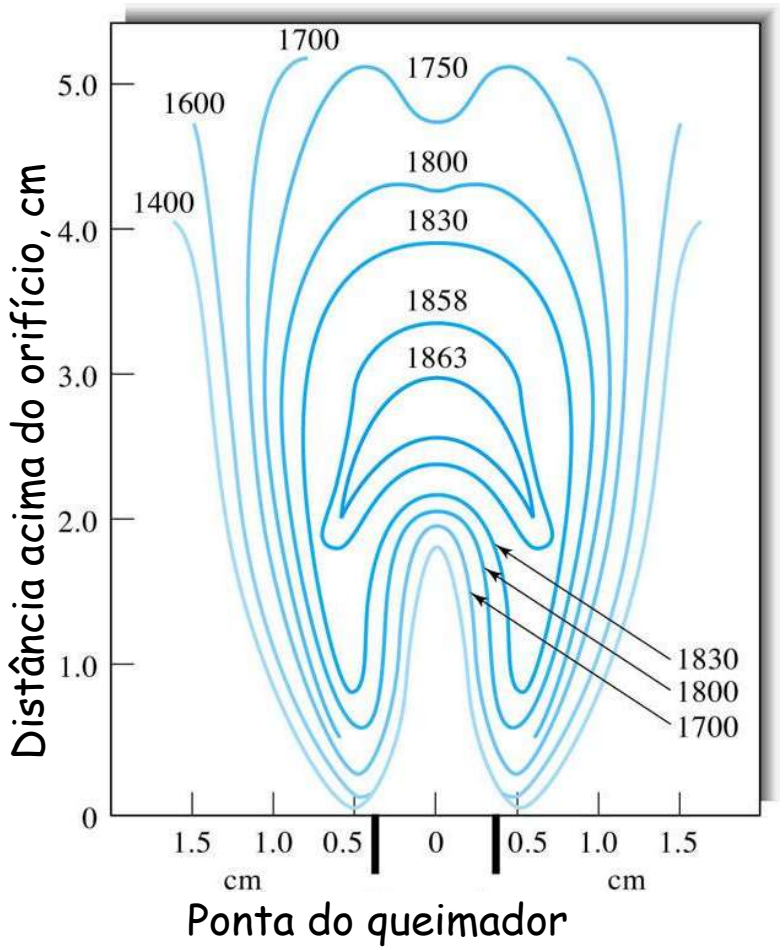
- **O tipo de combustível e o tipo de comburente, bem como a proporção de cada um conferem à chama temperaturas diferenciadas.**

Combustível	Temp. ^oC (Ar)	Temp. ^oC (O_2)
Acetileno (C_2H_2)	2200	3050
Butano	1900	2900
Cianogênio (C_2N_2)	---------	4550
Gás Iluminação	1700	2700
Hidrogênio	2100	2780
Propano	1925	2800

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

PERFIL DE TEMPERATURA DE UMA CHAMA DE GÁS NATURAL/AR





ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Composição da chama

- Chamas “pobres” (excesso de oxidante) são mais quentes.
- Chamas “ricas” possuem muito carbono que tende a reduzir os óxidos e hidróxidos metálicos.
- Chamas com excesso de combustível (“ricas”), têm combustão incompleta, são mais frias e com uma coloração amarela o que causa maiores interferências espectrais.

- Em qualquer situação, a intensidade luminosa da chama deve ser subtraída do sinal total para se obter o valor correspondente ao sinal do analito.
- Moléculas também emitem radiação de faixa larga, que igualmente deve ser subtraída dos sinais atômicos finos.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Sinal analítico

- A intensidade de emissão em cada raia atômica depende de:
-
- a) fração evaporada do sal introduzido;
- b) fração das moléculas evaporadas que dissocia;
- c) fração dos átomos formados que não ioniza;
- d) fração de átomos não ionizados que são excitados;
- e) probabilidade de transição a um estado inferior;
- f) energia do fóton (transições de menor energia são mais prováveis);
- g) auto-absorção.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Sinal analítico

- **Influência de solventes orgânicos:**
  - **A presença de solventes orgânicos misturados à água acentua notavelmente a intensidade de emissão;**
  - **Solventes orgânicos puros, na ausência de água, produzem emissão mais intensa, mas não é pratico trabalhar somente com solventes orgânicos;**

  - **Os efeitos dos solventes orgânicos são vários:**
  - **- Diminuição da viscosidade;**
  - **- Diminuição da tensão superficial;**
  - **- Diminuição da densidade;**
  - **- Aumento da velocidade de evaporação;**
  - **- Reduz o efeito de esfriamento da chama pela água e contribuem para o aumento da temperatura pela sua queima.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Estado fundamental x Estado excitado

$$\frac{N^*}{N_0} = \frac{g^*}{g_0} \exp\left(-\frac{\Delta E}{kT}\right)$$

EQUAÇÃO DE BOLTZMANN

N_o = N° de átomos no estado fundamental;

N* = N° de átomos no estado excitado;

g^* e g_o = pesos estatísticos dos estados energéticos;

ΔE = diferença de energia entre o estado excitado e estado fundamental;

T = Temperatura absoluta;

k = constante de Boltzmann ($1{,}381 \times 10^{-23}$ $J.K^{-1}$).

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Estado fundamental x Estado excitado

Valores de N^*/N_o para várias raias de ressonância

Elem.	Raia de Res. (nm)	g^*/g_o	N^*/N_o 2.000 K	3.000 K	4.000 K
Cs	852,1	2	$4,44 \times 10^{-4}$	$7,24 \times 10^{-3}$	$2,98 \times 10^{-2}$
Na	589,0	2	$9,86 \times 10^{-6}$	$5,88 \times 10^{-4}$	$4,44 \times 10^{-3}$
Ca	422,7	3	$1,21 \times 10^{-7}$	$3,69 \times 10^{-5}$	$6,03 \times 10^{-4}$
Zn	213,9	3	$7,20 \times 10^{-15}$	$5,58 \times 10^{-10}$	$1,48 \times 10^{-7}$



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

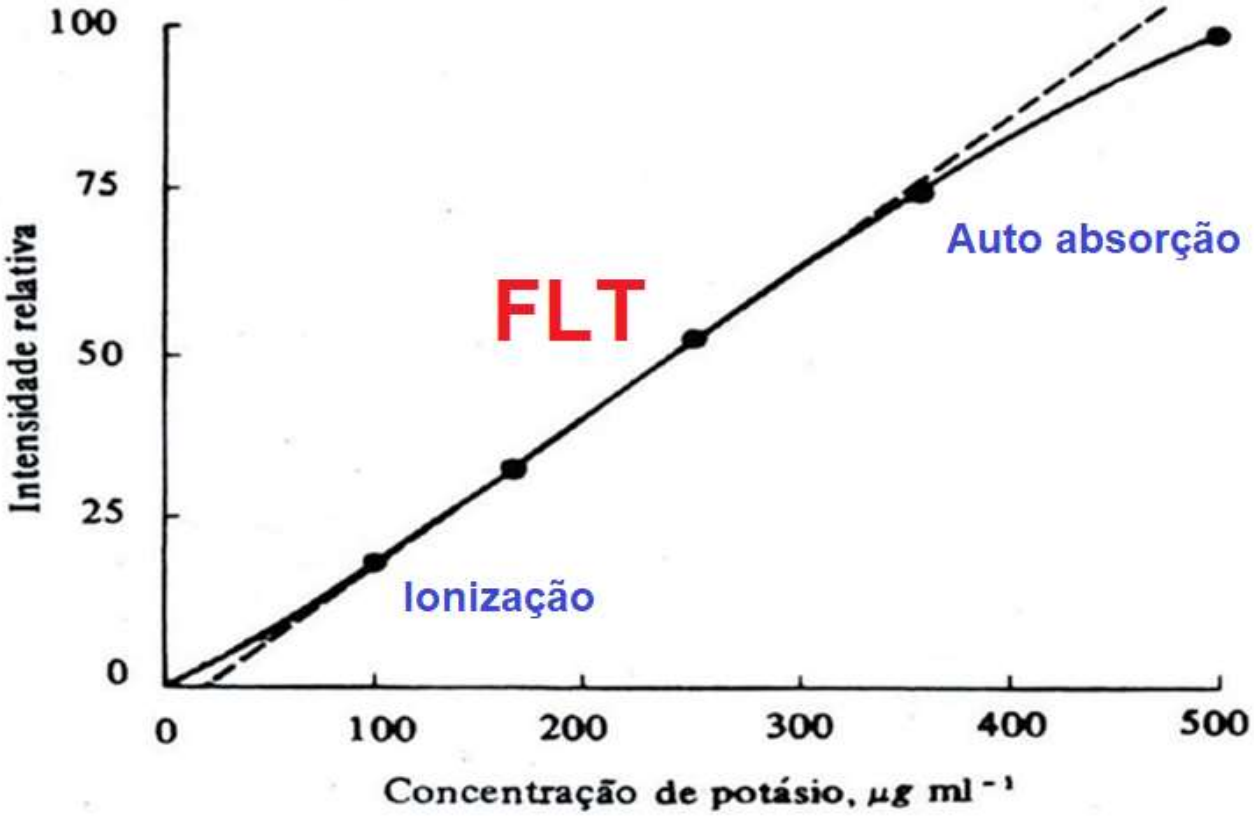
Grau de ionização de metais em função da temparatura, com pressão parcial de 10^{-4} atm

Elemento	Potencial Ionização (eV)	Temperatura (K) 2.000	3.000	4.000
Cs	3.893	0.01	0.86	>0.99
Rb	4.176	0.004	0.74	>0.99
K	4.339	0.003	0.66	0.99
Na	5.138	0.0003	0.26	0.98
Li	5.390	0.0001	0.18	0.95
Ba	5.210	6×10^{-4}	0.41	0.99
Sr	5.692	1×10^{-4}	0.21	0.97
Ca	6.111	3×10^{-5}	0.11	0.94
Mg	7.644	4×10^{-7}	0.01	0.83

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

Faixa linear de trabalho – Emissão por Chama



Efeitos da ionização
e
auto-absorção

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA

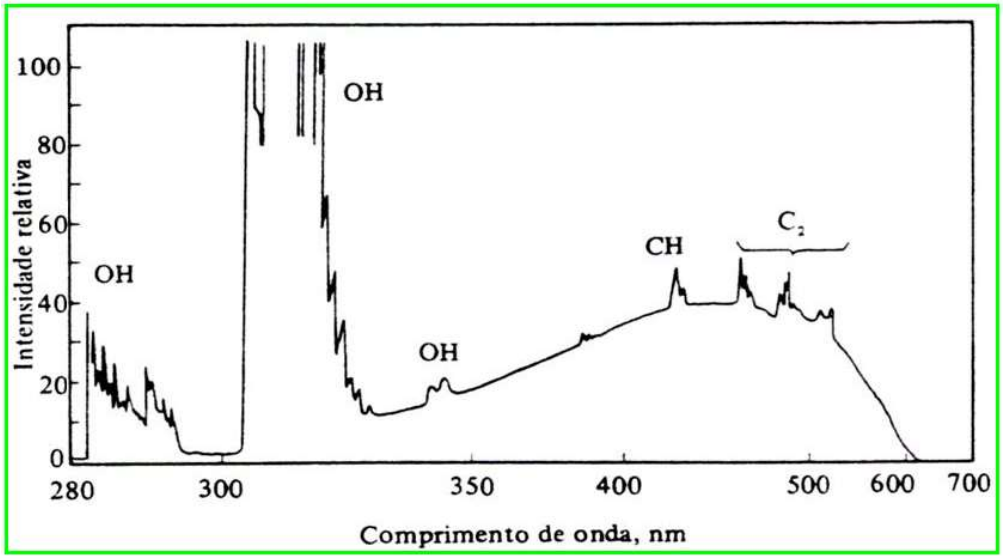
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **ADITIVAS:**
  - **ESPECTRAL: Radiação de fundo ou sobreposição de raias.**
  - **QUÍMICA: Compostos refratários que não se dissociam na chama.**
  - **IONIZAÇÃO: íons emitem diferentemente de átomos neutros.**
- **MULTIPLICATIVA:**
  - **MATRIZ: Matriz da amostra com constituição bem diferente dos padrões.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **A combustão incompleta dos gases da chama gera uma série de espectros de banda, que constituem a emissão de fundo.**
- **Efeito semelhante na radiação de fundo é causado pela presença de solventes orgânicos.**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

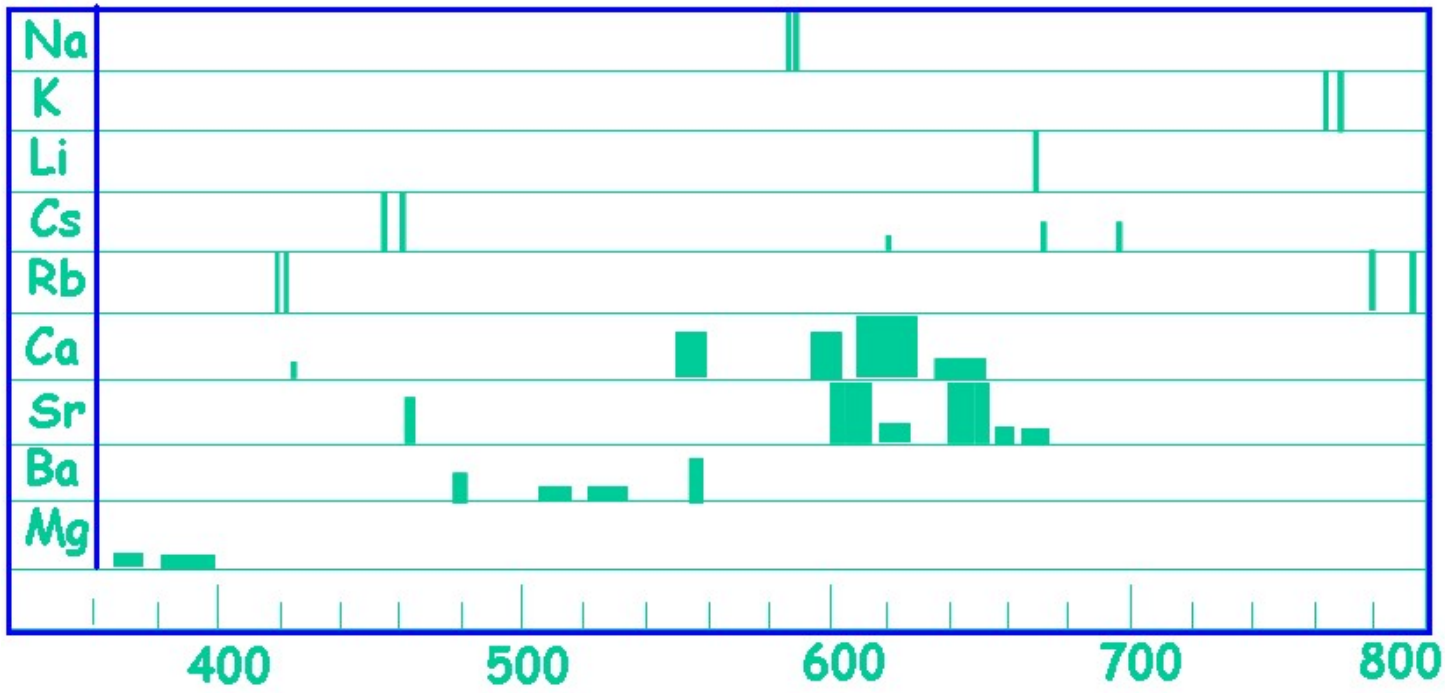
ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **Várias propriedades das soluções afetam a intensidade de emissão.**
  - **Pressão de vapor e tensão superficial influem no tamanho das gotículas na nebulização.**
  - **A adição de substâncias que diminuam a tensão superficial favorece a formação de gotículas menores.**
  - **A viscosidade afeta a velocidade com que o aerossol chega a chama.**
  - **Solventes orgânicos combustíveis afetam a velocidade de fluxo.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

Sobreposição de raias de emissão



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **Eliminação da radiação de fundo:**
- **a) Trabalhar com chama menos luminosa (azul) e pouco turbulenta.**
- **b) Zerar o equipamento com o branco, descontando a emissão de fundo, apenas provinda da chama.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **Minimização da ionização:**
- **a) Trabalhar com chama mais fria.**
- **b) Adicionar um supressor de ionização – elemento que se ioniza mais facilmente que o analito em estudo. A chama fica mais concentrada em elétrons deslocando o equilíbrio de ionização dos outros elementos. O Césio atua como supressor de ionização para análise de potássio por ser mais facilmente ionizável.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA EMISSÃO ATÔMICA ÓTICA
INTERFERÊNCIAS – FOTOMETRIA DE CHAMA

- **Minimização interferência química com a formação de compostos refratários:**
  - **a) Adicionar agentes liberadores/protetores (EDTA, 8-HQ).**
  - **b) Usar temperaturas mais altas e supressores de ionização.**

- **Minimização do efeito de matriz: Diferenças nas constituições químicas e físicas das amostras e padrões, resultando em graus de atomização/ nebulização diferentes, introduz enorme erro na análise**
  - **a) Imitar a matriz da amostra nos padrões.**
  - **b) Usar o método de adição de padrões.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **PLASMA (ICP OES)**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

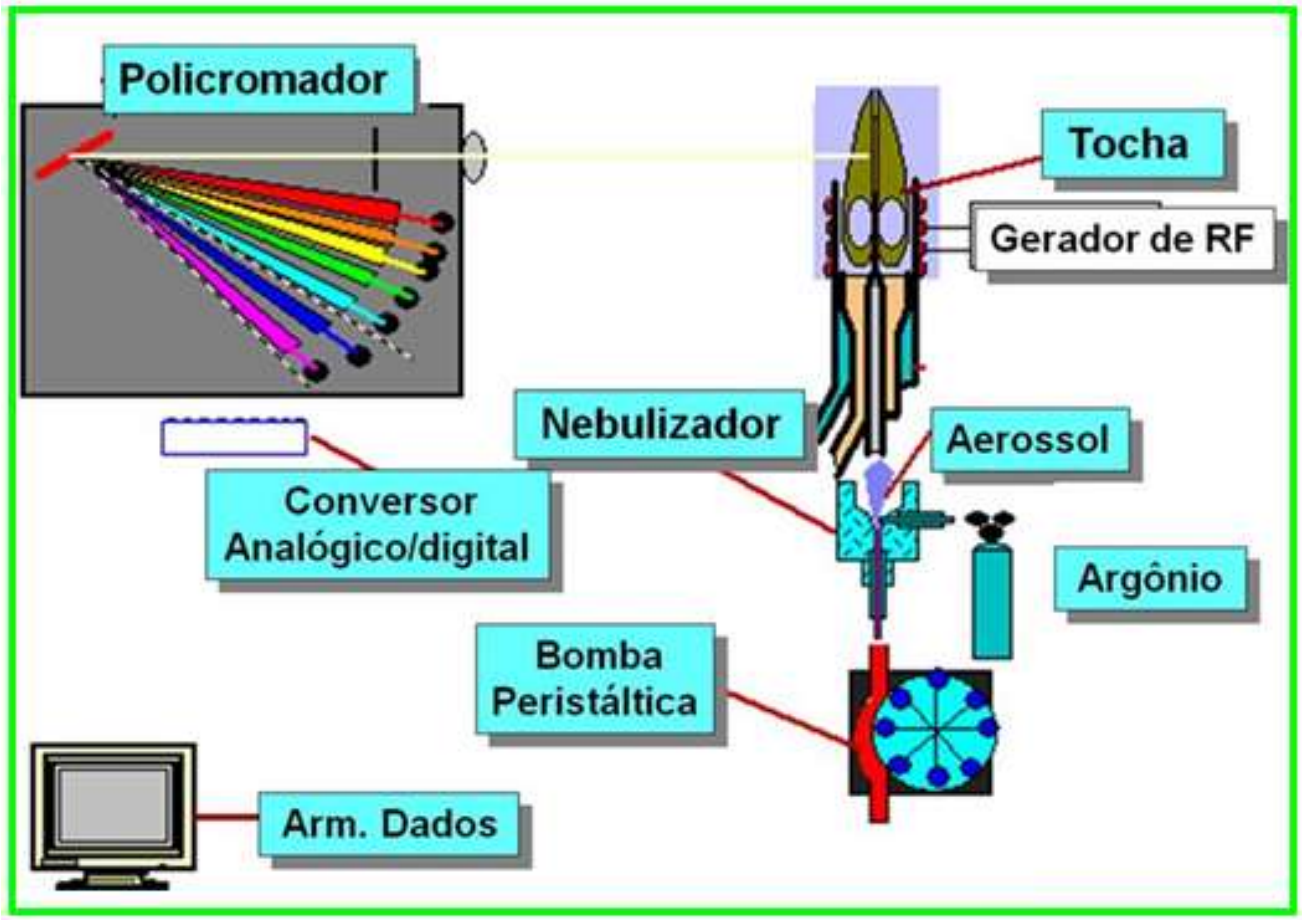
- **Fonte de Plasma**
- **Plasma é uma mistura gasosa condutora de eletricidade, que contém uma concentração significativa de cátions e elétrons.**
  - **Os íons argônio, uma vez formados em um plasma, são capazes de absorver energia suficiente para manter a temperatura em um nível no qual ionizações adicionais sustentam o plasma indefinidamente com temperaturas até perto de 10.000K (superfície solar: 5.800K - coroa: 5.000.000K - núcleo: 15.700.000K).**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- Fonte de Plasma
- Três tipos principais de plasma de alta temperatura são encontrados:
  - ICP – Plasma indutivamente acoplado;
  - DCP – Plasma de corrente contínua;
  - MIP – Plasma induzido por microondas

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

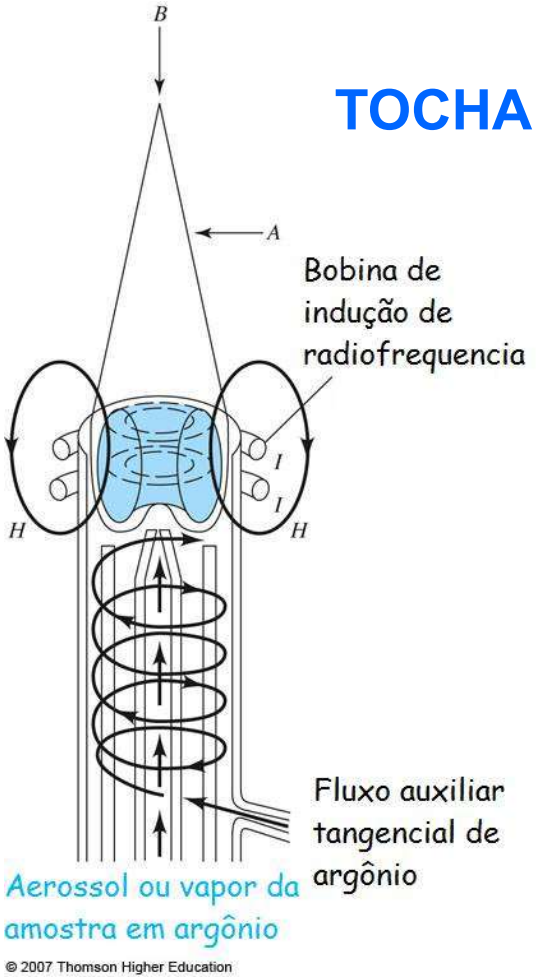
- **ESQUENA DE UM APARELHO DE PLASMA (ICP OES)**



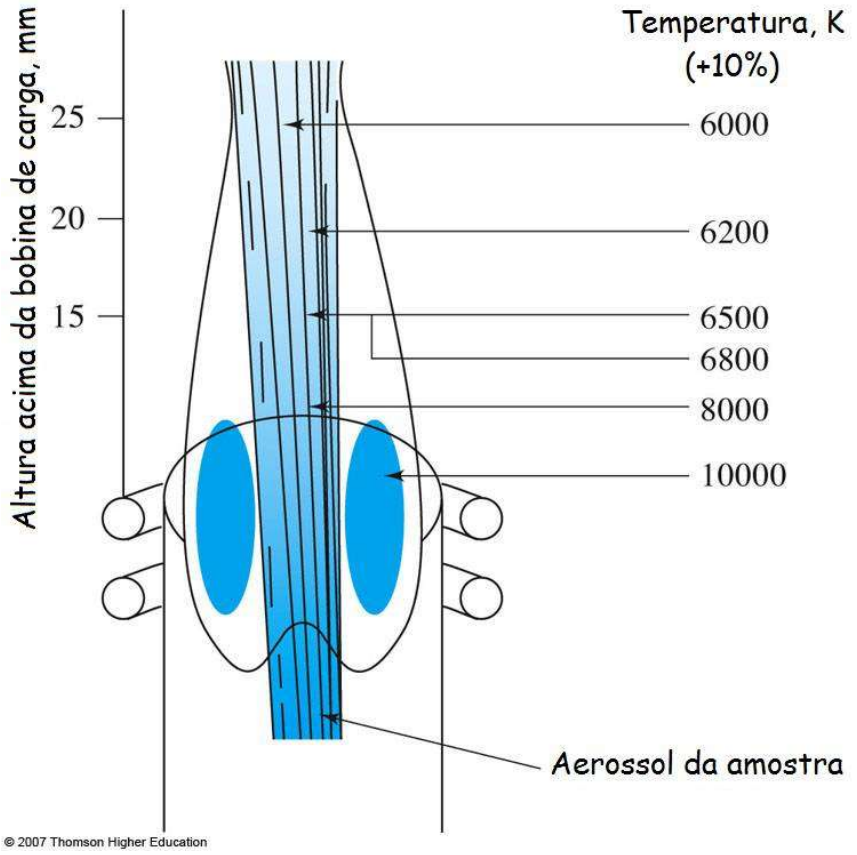
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **FONTE DE PLASMA**

TOCHA DO ICP

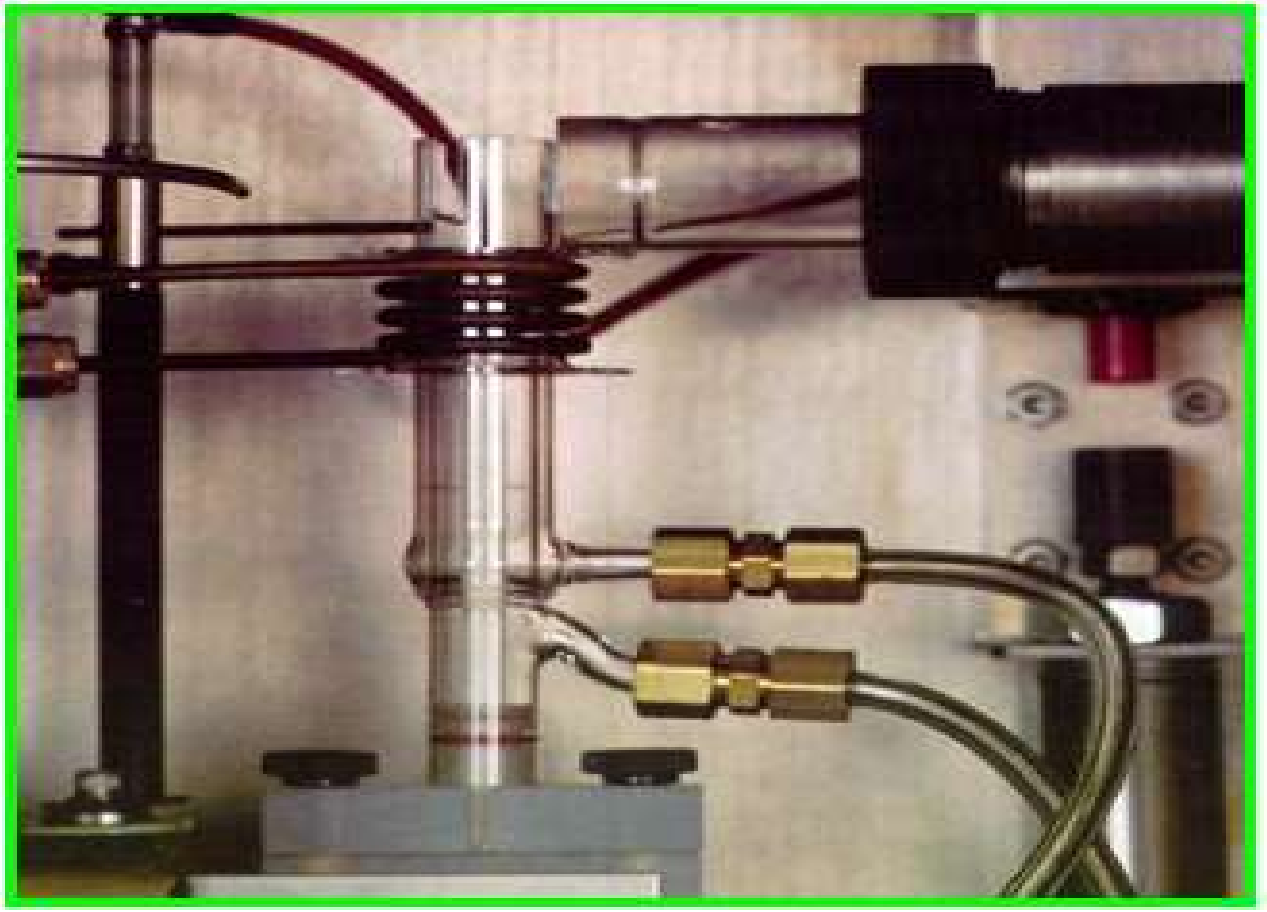


TEMPERATURAS EM UMA FONTE DE ICP



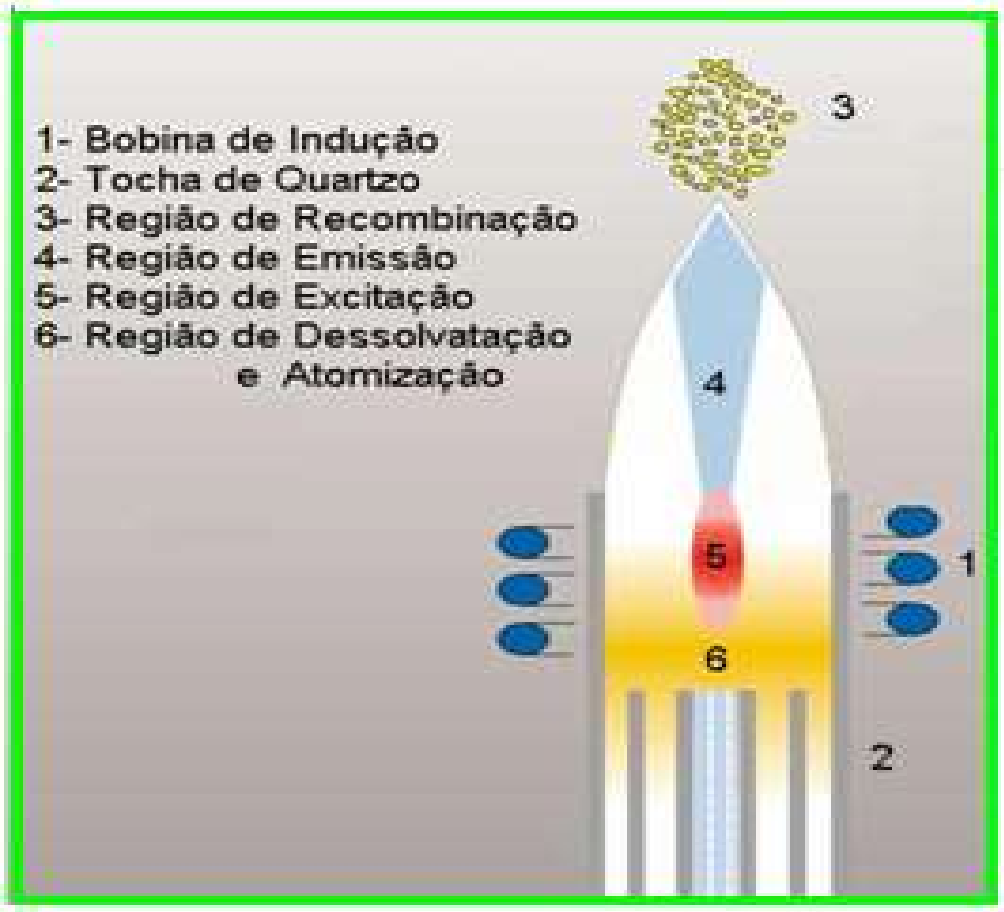
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **FOTOGRAFIA DA TOCHA DE UM ICP**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **ESQUEMA DE UMA TOCHA DE UM ICP**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

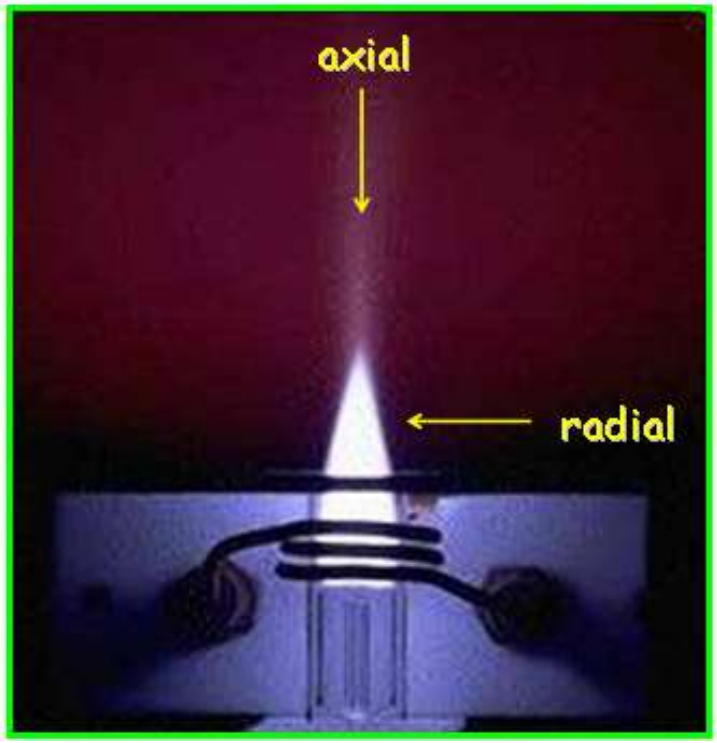
FONTE DE PLASMA

Dependendo do tipo de tocha, a razão total de consumo de argônio é de 5 a 20 L/min (um cilindro de 10m3 que custa ~ mil reais dura de 8 a 30h).

A bobina de RF opera em 27,12 ou 40,68 MHz com uma potência de 0,5 a 2 kW.

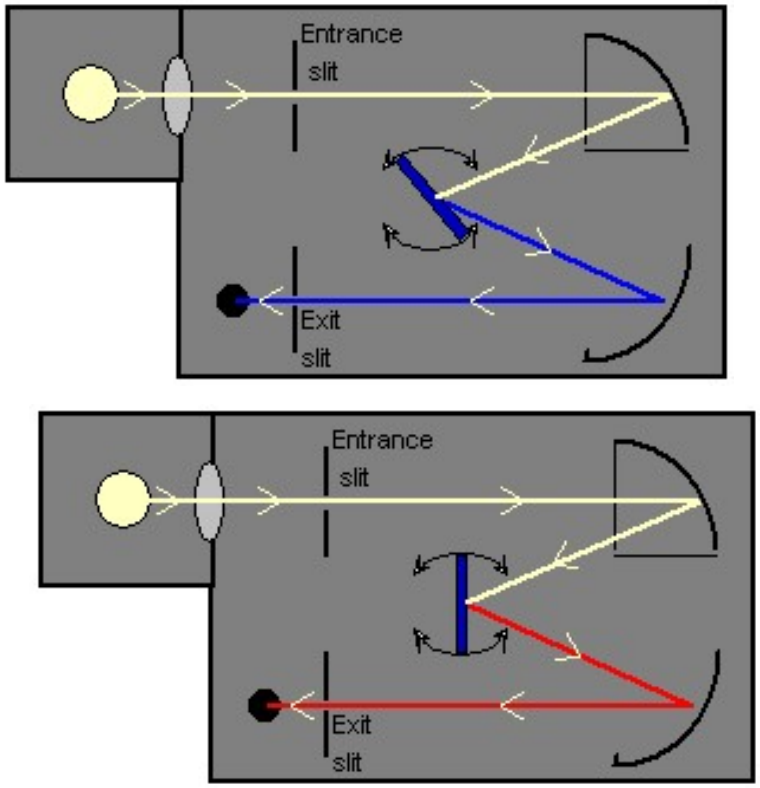
Em alguns modelos de ICP é possível a operação em modo radial e axial.

TOCHA DO ICP

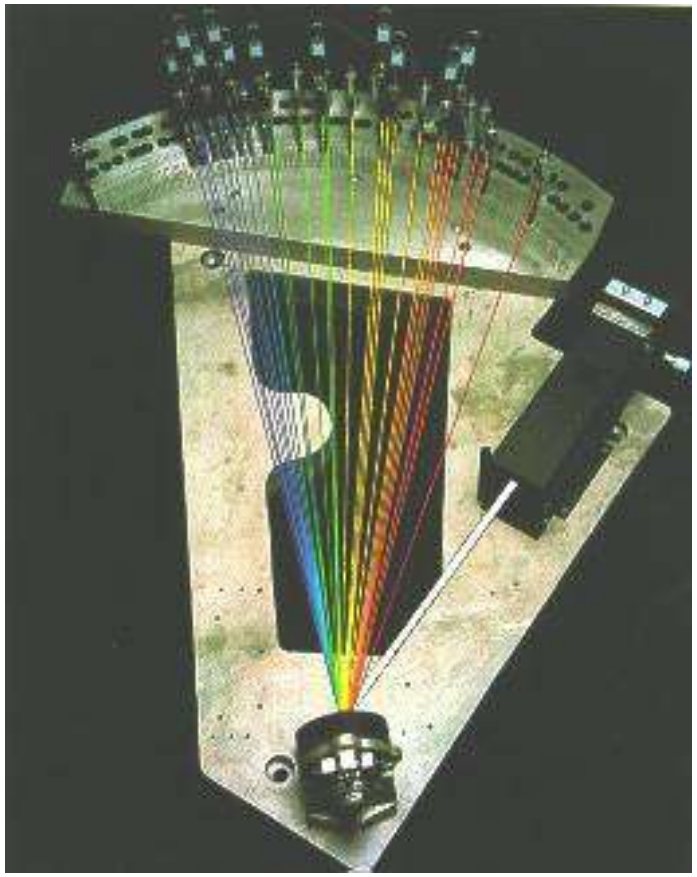


ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **FONTE DE PLASMA**



Plasma seqüencial (Monocromador)



Plasma multicanal (Policromador)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

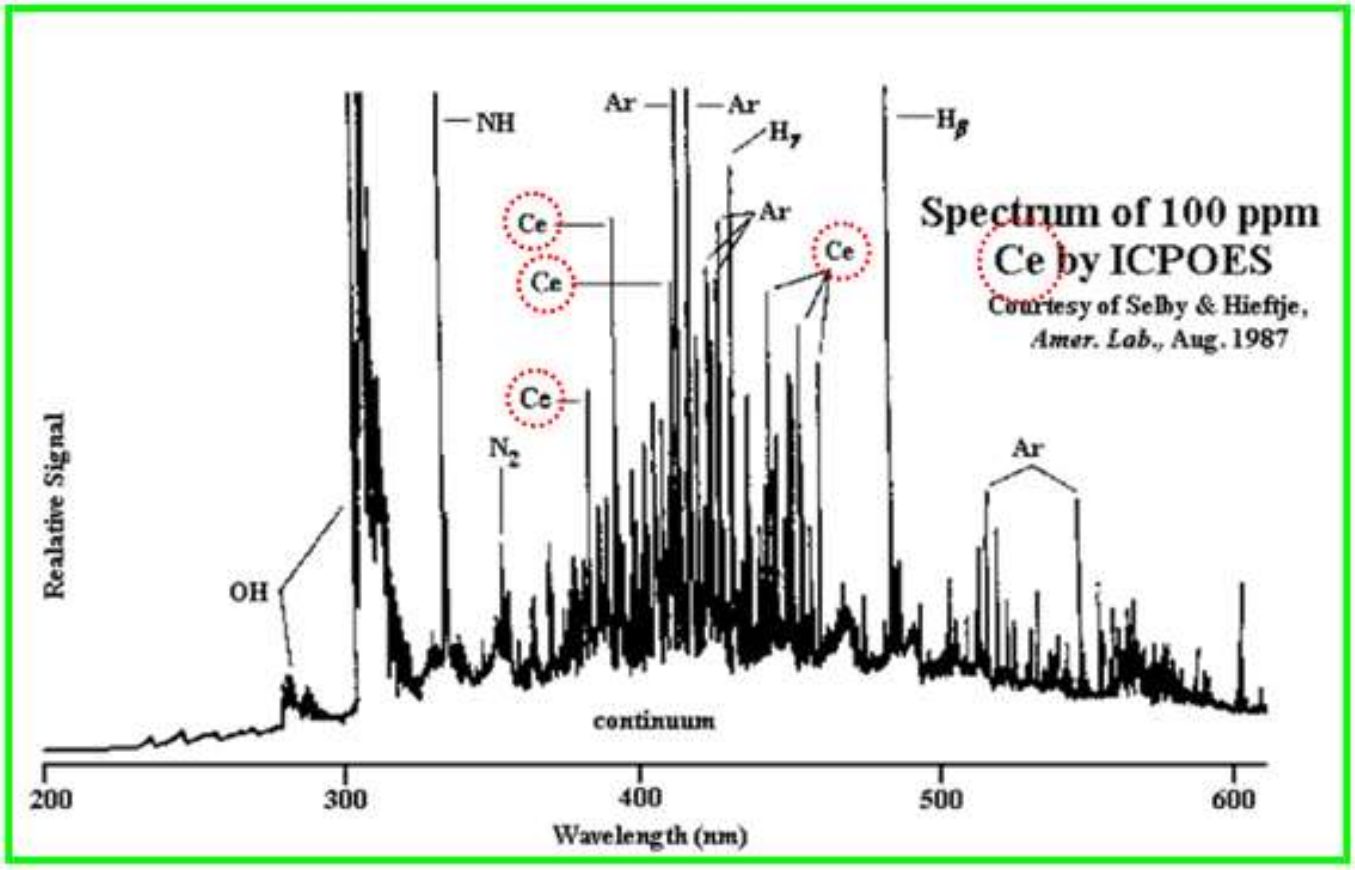
- **Considerações Gerais:**
- **As amostras são introduzidas no fluxo de argônio através dos nebulizadores pneumáticos, ultra-sônicos, vaporizadores eletrotérmicos, etc.**
- **A atomização ocorre em temperaturas elevadas, sendo mais completa e, consequentemente, surgem menos problemas de interferências químicas.**
- **Os efeitos de interferência por ionização são pequenos ou inexistem, provavelmente devido à concentração muito grande de elétrons proveniente da ionização do argônio.**
- **A atomização ocorre em um meio quimicamente inerte, que tende a aumentar o tempo de vida do analito, impedindo a formação de óxidos e aumentando o sinal analítico.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Considerações Gerais:**
- **O plasma é excepcionalmente livre de radiação de fundo na região compreendida entre 15 e 35 mm acima da bobina de RF, onde emissão é observada.**
- **Na chama, as partes mais externas são muito mais frias, contendo uma concentração maior de átomos neutros no estado fundamental, que proporcionam a auto-absorção.**
- **Em um plasma a temperatura mais uniforme, impede o aumento da concentração de átomos neutros no estado fundamental nas camadas mais externas, fazendo que a auto-absorção não seja importante.**
- **Dependendo do sistema de detecção do equipamento, é possível fazer a análise multielementar de até aproximadamente 70 elementos.**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

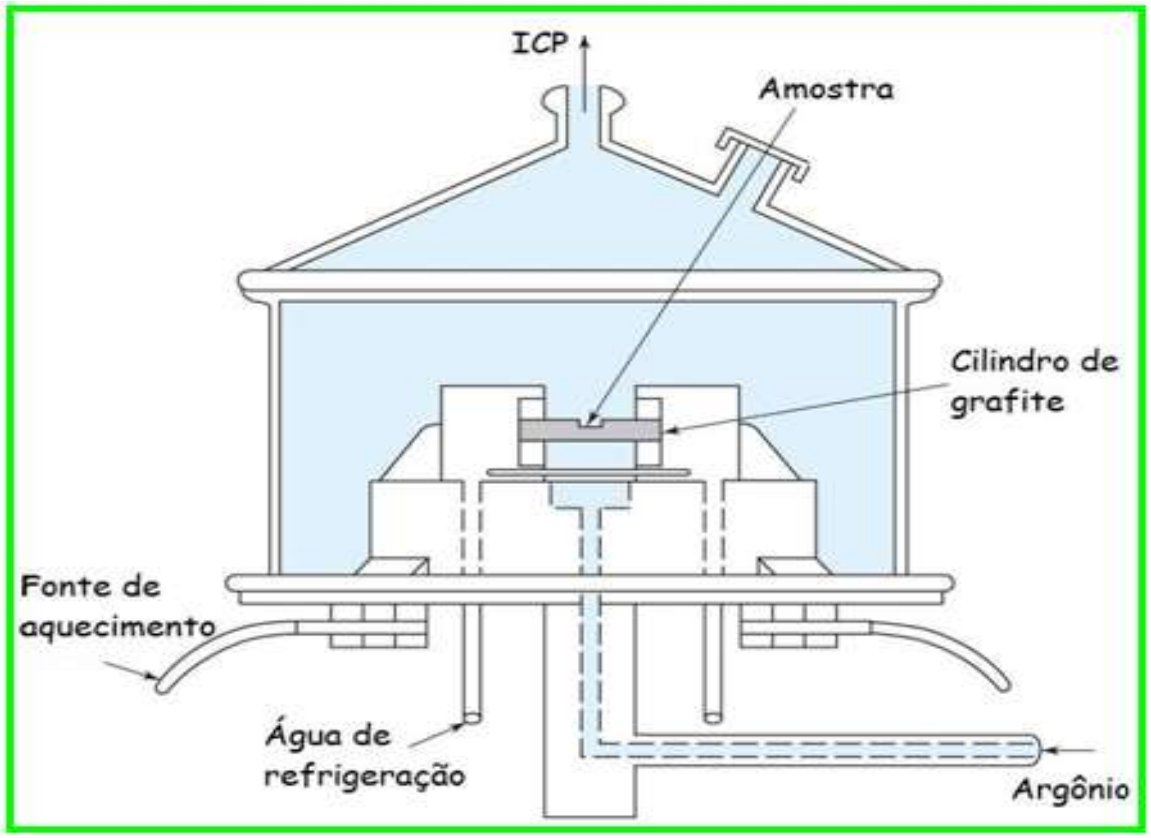
- **ESPECTRO DE ICP**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

FORNO DE GRAFITE

- **Dispositivo de vaporização eletrotérmica.**
- **No ICP ele é usado somente para introdução da amostra.**



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- Considerações – Forno de Grafite
- O forno de grafite oferece uma sensibilidade muito maior que a chama. Isto será importante na absorção atômica, onde os nebulizadores e chama serão substituídos pelo forno.
  - As quantidades de amostra são sensivelmente menores. Cerca de 1 a 100 mL de amostra são injetados dentro do forno, enquanto para a análise em chama necessita-se de 1 a 2 mL.
  - O tempo de residência do analito na chama é apenas uma fração de segundos, enquanto no forno a amostra atomizada permanece no caminho óptico por vários segundos. No entanto, na chama a introdução é contínua.
- Por outro lado a utilização do forno requer muito mais habilidade do analista que a análise por chama.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **INTERFERÊNCIAS – ICP-OES**
- **Interferência espectral:**
  - **É mais grave que na fotometria de chama. É inevitável a superposição de linhas de emissão. Por exemplo, a linha de emissão em 228,802 nm do Cd interfere na linha de emissão do As em 228,812 nm. Se o espectrômetro não possuir altíssima resolução não será possível a separação.**
  - **Apesar de acontecer em menor extensão que na chama, a ionização ocorre no plasma. Aliás, é justamente a ionização que permite a utilização do ICP como fonte geradoras de íons para o espectrômetro de massas → ICP-MS**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

(ICP-MS)
ESPECTROMETRIA
DE
MASSA ATÔMICA
(PLASMA)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA



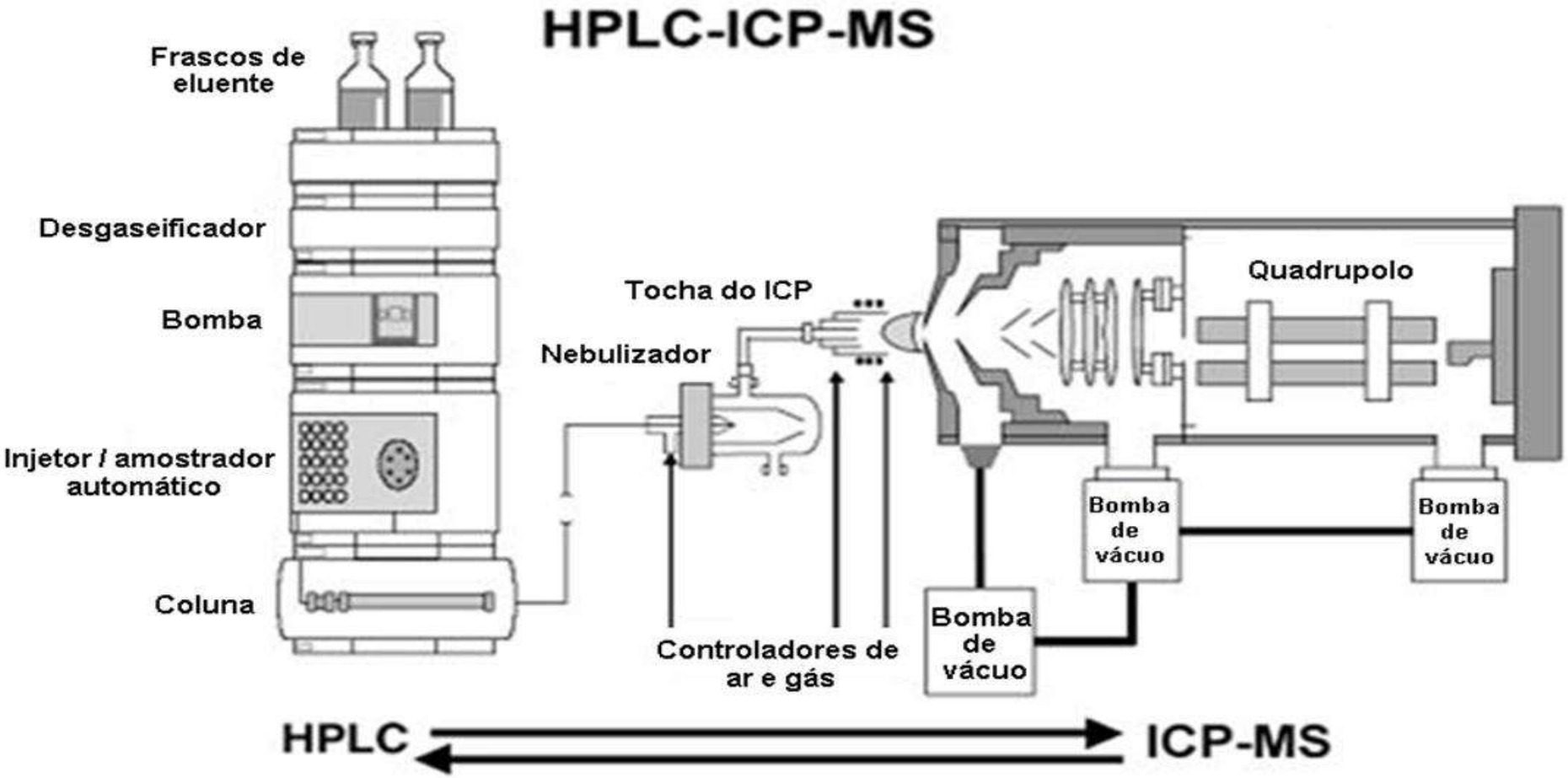
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA

- **Considerações**
- **Na espectrometria de massa com fonte de plasma, os íons gerados no plasma, excitados ou não, são introduzidos no espectrômetro e serão separados e analisados de acordo com a razão massa/carga (m/z).**
- **Os analisadores de massa podem ser de vários tipos:**
  - **Quadrupolar;**
  - **Magnético/eletrostático;**
  - **Tempo de vôo (TOF).**
- **Como a separação e análise e feita pela razão m/z, analisadores de alta resolução permitem identificar e quantificar os isótopos dos elementos químicos**

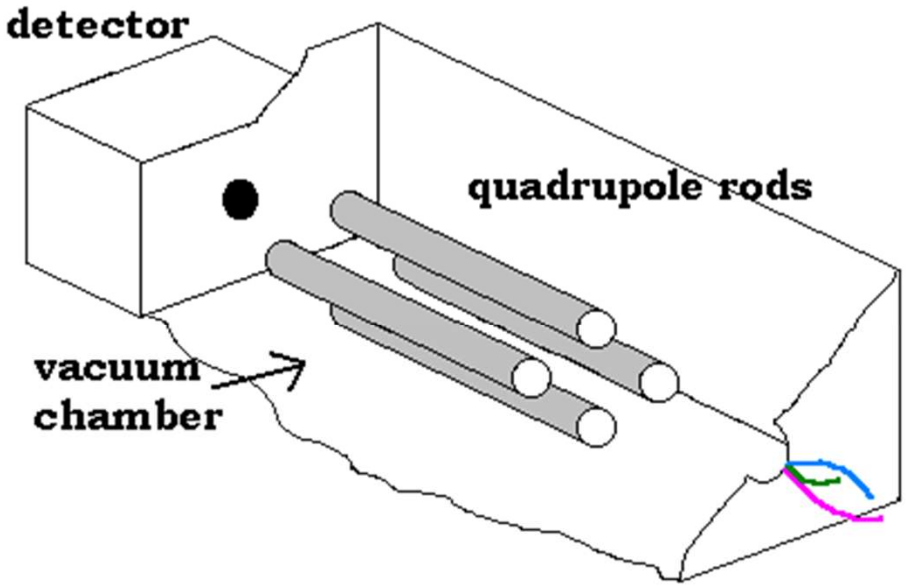
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA

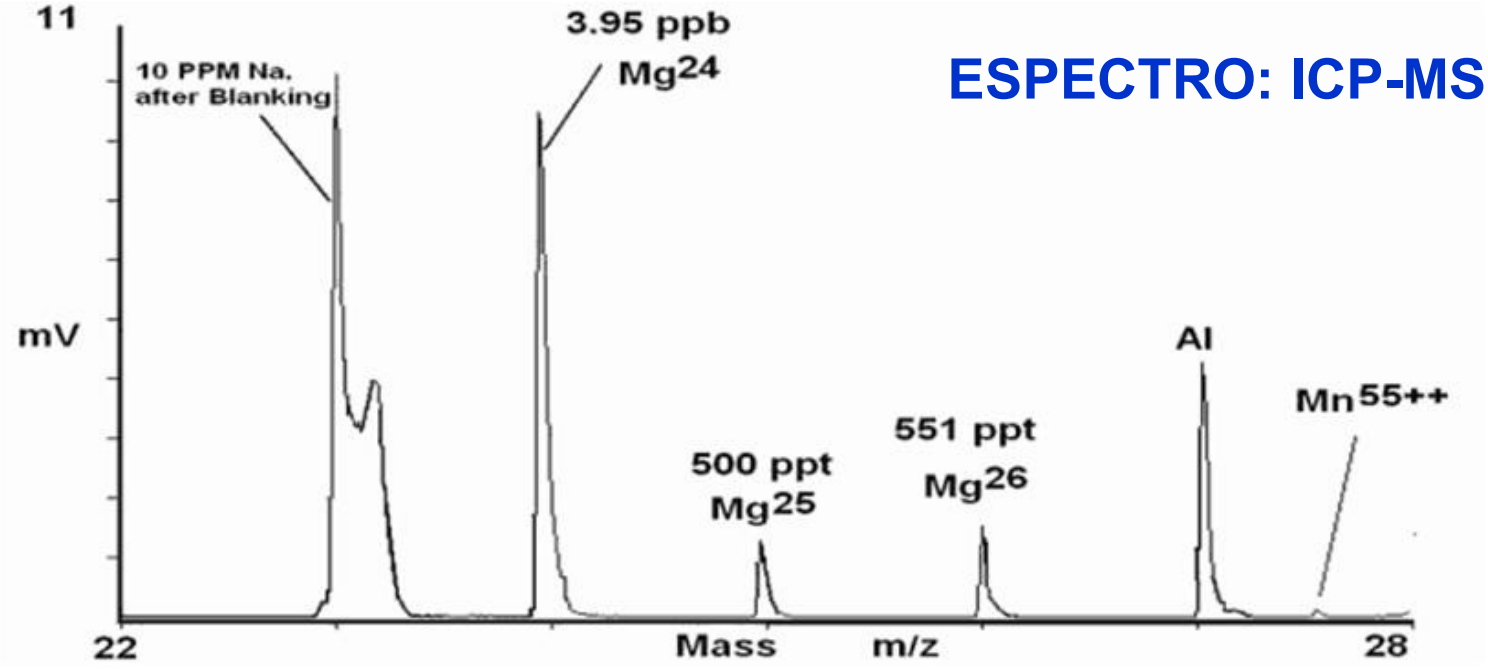


Somente uma determinada razão m/z (●) atravessa a região dos quadrupolos e chega ao detector, enquanto outras razões (●, ●) colidem com as barras e se aniquilam.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA

Aquisição de um espectro de massas de 2 a 260 u em 30mS.



ESPECTRO: ICP-MS

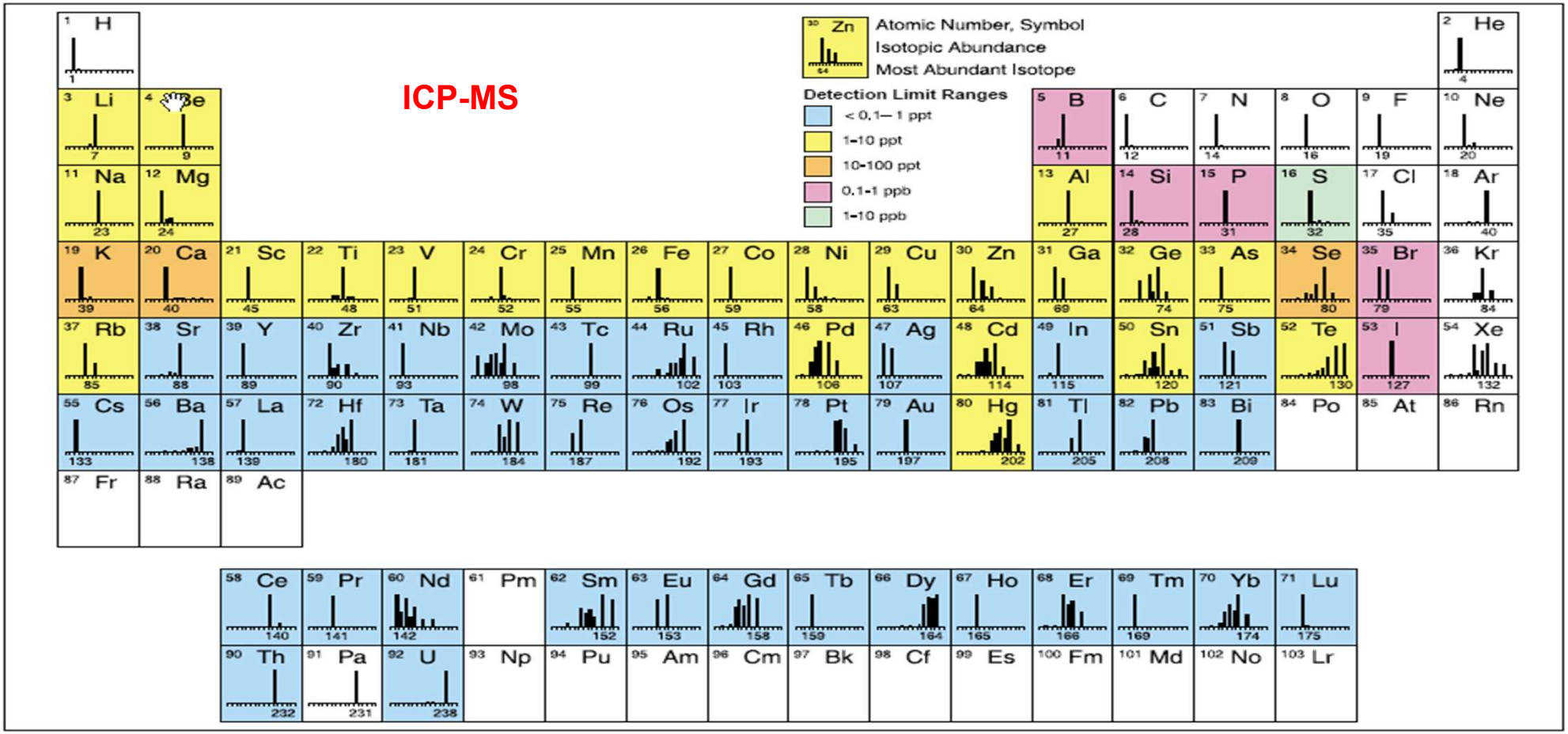
ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

ESPECTROMETRIA DE MASSA ATÔMICA

- **INTERFERÊNCIAS – ICP/MS**
- **O maior problema do espectrômetro de massas é a necessidade de alto vácuo para evitar colisões entre os íons e as moléculas do gás residual, que resultam em desvios da trajetórias dos íons.**
- **Interferências isobáricas:**
  - **Espécies formadas no plasma, ArO^+ (m/z 56) e Ar^{2+}(m/z 80), são forçadas a dissociação em uma câmara de colisão contendo He ou H_2, pois caso contrário poderão interferir na determinação de Fe e Se, respectivamente, por possuírem massas muito próximas.**
  - **O íon bário duplamente ionizado (Ba^{2+}) interfere na determinação de Ga^+, pois possuem a mesma razão m/z. (138/2 = 69/1).**

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Questão.1:** Cite diferenças importantes entre espectroscopia atômica e molecular?



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Resposta-Questão.1:** Cite diferenças importantes entre espectroscopia atômica e molecular?
- **Resposta:**
- Na absorção molecular normalmente as bandas são bastantes largas
- Na absorção atômica, onde os átomos estão no estado gasoso são constituídos geralmente por linhas finas.
- Na espectroscopia molecular empregam-se moléculas e em espectroscopia atômica empregam-se átomos gasosos.

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Questão.2:** Qual as principais vantagens de utilizar um forno de grafite?



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Resposta-Questão.2:** Qual as pricipais vantagens de utilizar um forno de grafite?.
- **Resposta:** Necessita de menos amostra (1μL contra 1 a 2 mL), è aquecido eletricamente, oferece uma sensibilidade maior do que a proporcionada por chamas por causa da maior tempo de residência da amostra (na espectroscopia de chama o tempo de residência da amostra no caminho ótico é <1s)

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Questão.3:** Quais as principais partes de um Espectroscopia de absorção atômica?



ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

- **Para refletir e responder:**
- **Resposta-Questão.3:** Quais as principais partes de um espectrômetro de absorção atômica?
- **Resposta:**
  - Eluentes (Degaseificador)
  - Bomba
  - Fonte (Lâmpada de cátodo oco)
  - Injetor de amostra (amostrador automático)
  - Nebulizador
  - Chama
  - Monocromador
  - Detector
  - Amplificador
  - Registro de sinal

ESPECTROMETRIA ATÔMICA (EAA / EEA)

FIM

ATÉ A P2