

## ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

### 1. FUNDAMENTO

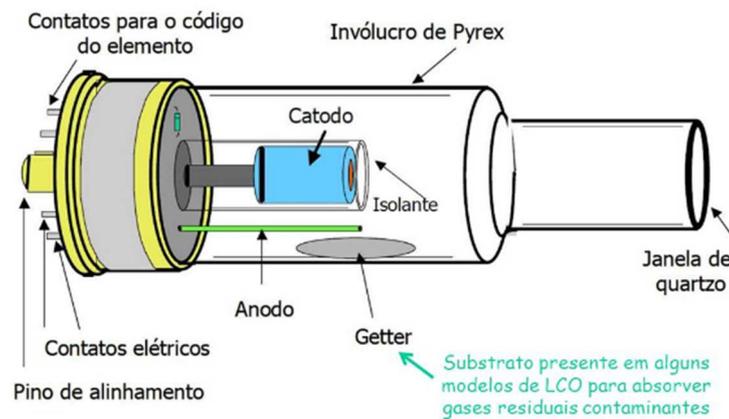
- Na espectrofotometria de absorção atômica átomos do analito não são excitados por uma chama como no caso da fotometria de chama, mas por uma onda eletromagnética de comprimento de onda  $\lambda$  específico, ou seja, de acordo com a Lei de Planck, com uma onda eletromagnética de energia específica.
- Parte dos fótons dessa radiação excitam elétrons dos átomos do analito que se encontram nos estados gasoso e elementar. Ao excitarem esses elétrons esses fótons “deixam de existir”.
- Os fótons que não interagiram com os elétrons chegam então a um detector onde são contados obtendo-se assim a intensidade de radiação transmitida ( $I_t$ ) que, por sua vez, é expressa em fótons por segundo.
- Conhecendo-se a intensidade de radiação incidente  $I_0$ , também expressa em fótons por segundo, pode-se calcular então a absorbância  $A$  dada por  $A = \log I_0/I_t$ .
- A partir de soluções do analito com concentrações conhecidas do mesmo são feitas medidas de absorbância que são então, juntamente com os valores de concentração, utilizadas para o ajuste da equação de calibração da análise.
- A partir da equação da reta e do valor da absorbância medida para a amostra pode-se calcular a concentração do analito na solução de leitura.

### 2. ETAPAS

- A espectrofotometria de absorção atômica é realizada em equipamentos denominados espectrofotômetros de absorção atômica.
- No espectrofotômetro a solução contendo o elemento a ser analisado que, enquanto dissolvido encontra-se na forma iônica (Ex.  $Zn^{2+}$ ) é aspirada e pulverizada em uma chama que, nesse caso, é obtida pela combustão de gases como acetileno, óxido nitroso, etc. As chamas obtidas com esses gases apresentam energias muito maiores que aquelas obtidas com a queima do “gás de cozinha” utilizado nos fotômetros de chama.
- Na chama ocorrem algumas transformações que resultam na conversão dos íons a átomos gasosos no estado elementar, ou seja, que apresentam número de elétrons igual ao número de prótons (Ex.  $Zn^0$ ).
- Esses átomos permanecem na chama onde então recebem fótons provenientes de uma lâmpada que, por sua vez, é denominada lâmpada de cátodo ôco.
- Essa lâmpada apresenta um cátodo que é constituído do mesmo elemento a ser analisado. Por exemplo, para a análise de zinco deve-se utilizar uma lâmpada cujo cátodo é constituído de zinco.

- Como mencionado anteriormente, essa lâmpada emite fótons de comprimento de onda específico que, em parte, interagem com átomos do analito presentes na chama. A porção de fótons que não interage com esses átomos chega então ao detector do espectrofotômetro que então quantifica a intensidade dos mesmos ( $I_t$ , fótons por segundo).
- A partir dos valores de  $I_0$  e de  $I_t$  o próprio espectrofotômetro, que é computadorizado, “calcula” a absorbância ( $A = \log I_0/I_t$ ). A equação da reta é também ajustada automaticamente pelo software do equipamento. Assim, o valor final apresentado no “display” do aparelho corresponde à concentração do analito na solução analisada. Essa concentração é expressa na mesma unidade utilizada para as soluções de calibração.

### 3. LÂMPADA DE CÁTODO ÔCO

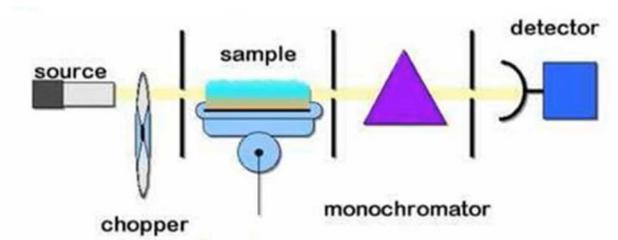


#### Modo de funcionamento:

- A lâmpada de cátodo ôco é preenchida por um gás nobre que pode ser o argônio (Ar) ou o neônio (Ne).
- O cátodo é constituído pelo elemento químico que se deseja analisar.
- Quando uma diferença de potencial é aplicada entre o cátodo e o ânodo o gás contido no interior da lâmpada é ionizado (Ex.  $Ne^0 \rightarrow Ne^+ + e^-$ ).
- Os íons positivos (Ex.  $Ne^+$ ) são acelerados em direção ao cátodo.
- A colisão dos íons positivos é suficiente para remover átomos ( $M^0$ ) da superfície do cátodo que passam então ao estado gasoso.
- Esses átomos gasosos colidem com os cátions do gás nobre com energia suficiente para promoverem seus elétrons externos a maiores níveis de energia que, no entanto são instáveis ( $M_0 + Ne^+ \rightarrow M^*$ ).

- Ao retornarem ao nível de energia original os elétrons liberam energia sob a forma de radiação de comprimento de onda  $\lambda$  e, portanto, de energia  $E [M^* \rightarrow M_0 + E (\lambda)]$ .
- Esses fótons são então emitidos em direção à chama onde então interagem com elétrons dos átomos do analito. Nessa interação eles transferem sua energia para os elétrons e “deixam de existir”. Os fótons que não são absorvidos chegam ao detector onde são quantificados.

#### 4. ESQUEMA GERAL DO MÉTODO



#### 5. APLICAÇÃO NA QUANTIFICAÇÃO DE ZINCO EM AMOSTRA DE FERTILIZANTE

##### 5.1 Obtenção do extrato e diluições

- ✓ 0,5000 g de fertilizante foi pesado e transferido para frasco de Erlenmeyer de 250 mL;
- ✓ 125 mL de água destilada foram adicionados aos frascos de Erlenmeyer;
- ✓ As suspensões foram agitadas por 15 minutos e filtradas para frascos plásticos.
- ✓ 20 mL do extrato foram transferidos para balão volumétrico de 100 mL cujo volume foi completado com água deionizada (PRIMEIRA DILUIÇÃO).
- ✓ 5 mL do extrato foram transferidos para balão volumétrico de 100 mL cujo volume foi completado com água deionizada (SEGUNDA DILUIÇÃO).

##### 5.2 Calibração do espectrofotômetro

- ✓ 0,3654 g de  $ZnCl_2 \cdot 3H_2O$  foram dissolvidos em 250 mL de água deionizada -  $[Zn^{2+}] = 500 \text{ mg/L}$ .
- ✓ Em seguida, uma alíquota de 20 mL da solução supracitada foi transferida para balão volumétrico de 1 L que foi então preenchido com água deionizada -  $[Zn^{2+}] = 10 \text{ mg/L}$ .
- ✓ Finalmente, alíquotas da solução 10 mg/L foram transferidas para balões volumétricos de 100 mL cujos volumes foram completados com água deionizada de modo a serem obtidas as soluções de calibração do espectrofotômetro apresentadas no quadro abaixo.

BALÃO*	Alíquota da solução 10 mg/L (mL)	F**	$[Zn^{2+}] \text{ mg/L}$
1	0	-	0
2	5	20	0,5
3	10	10	1,0
4	15	6,6666	1,5
5	20	5	2,0

\* Volume final ( $V_F$ ) = 100 mL; \*\* F = fator de diluição =  $V_F/A$ .

### **5.3 Leitura do extrato diluído**

A solução obtida após a segunda diluição do extrato foi analisada no espectrofotômetro e o valor obtido foi de 0,75 mg/L de Zn.

### **5.4 Calcular o teor de zinco aquo-solúvel contido no fertilizante expressando-o em % Zn (m/m)**

**Massas molares (g/mol):** H = 1; O = 16; Cl = 35,5; Zn = 65.