

Fast Sequential - FAAS

Teórico: Larissa Macedo dos Santos

Renata Stábile Amais

Prático: Kelber Miranda

Marcelo Guerra

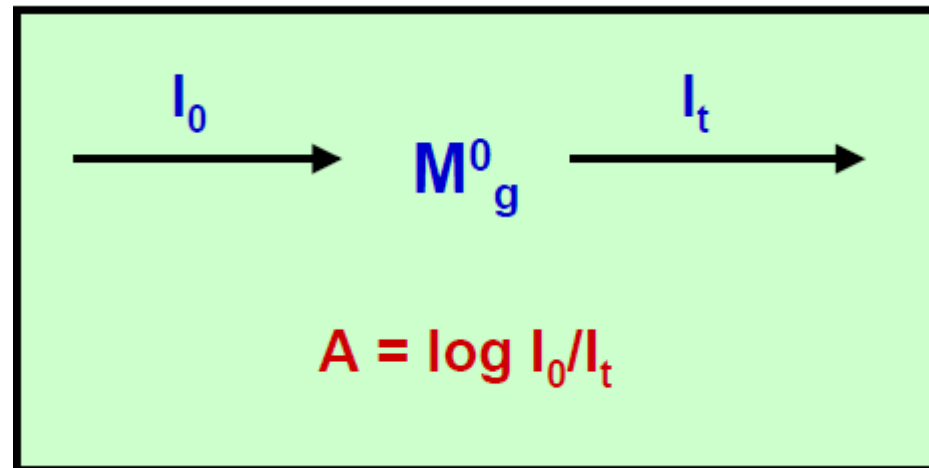


Roteiro

- Princípios da absorção atômica
- Constituintes do FAAS e FS-FAAS
- Evolução da técnica
- Aplicações
- Segurança

Princípios da absorção atômica

- Átomos no estado fundamental – absorvem radiação



Princípios da absorção atômica

- Método comparativo, não absoluto

Lei de Beer

$$A = a \cdot b \cdot c$$

A = Absorbância

a = absortividade

b = passo óptico

c = concentração

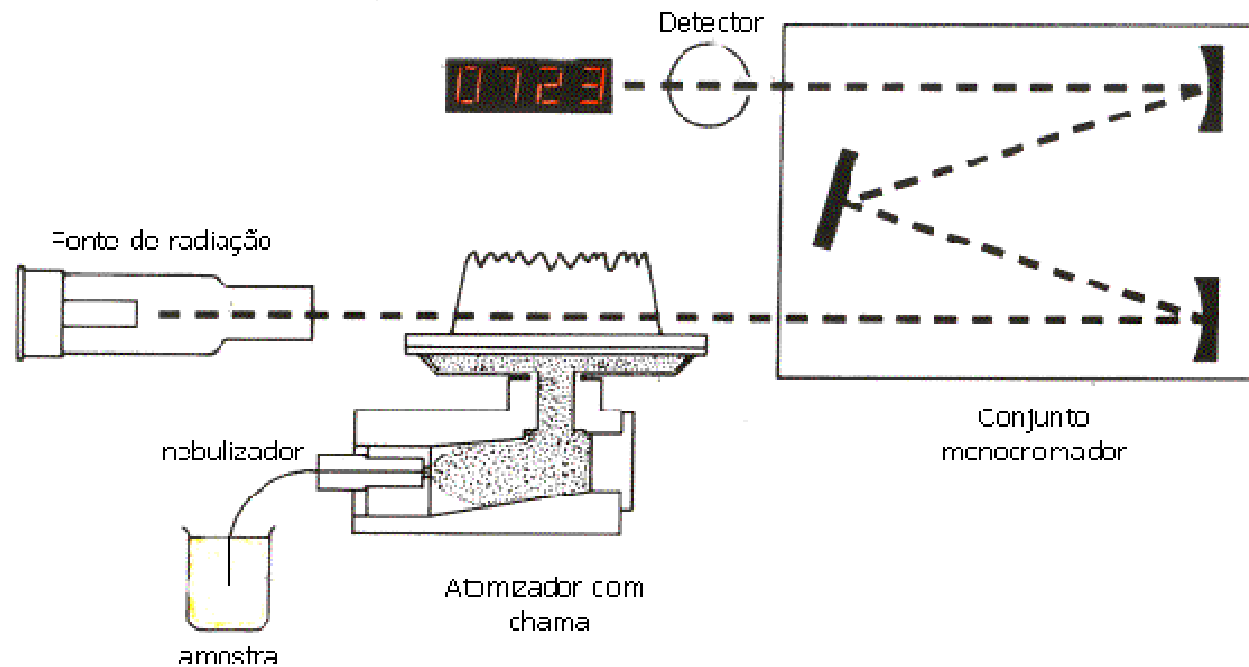

VARIAN

AA240FS
Fast Sequential Atomic
Absorption Spectrometer



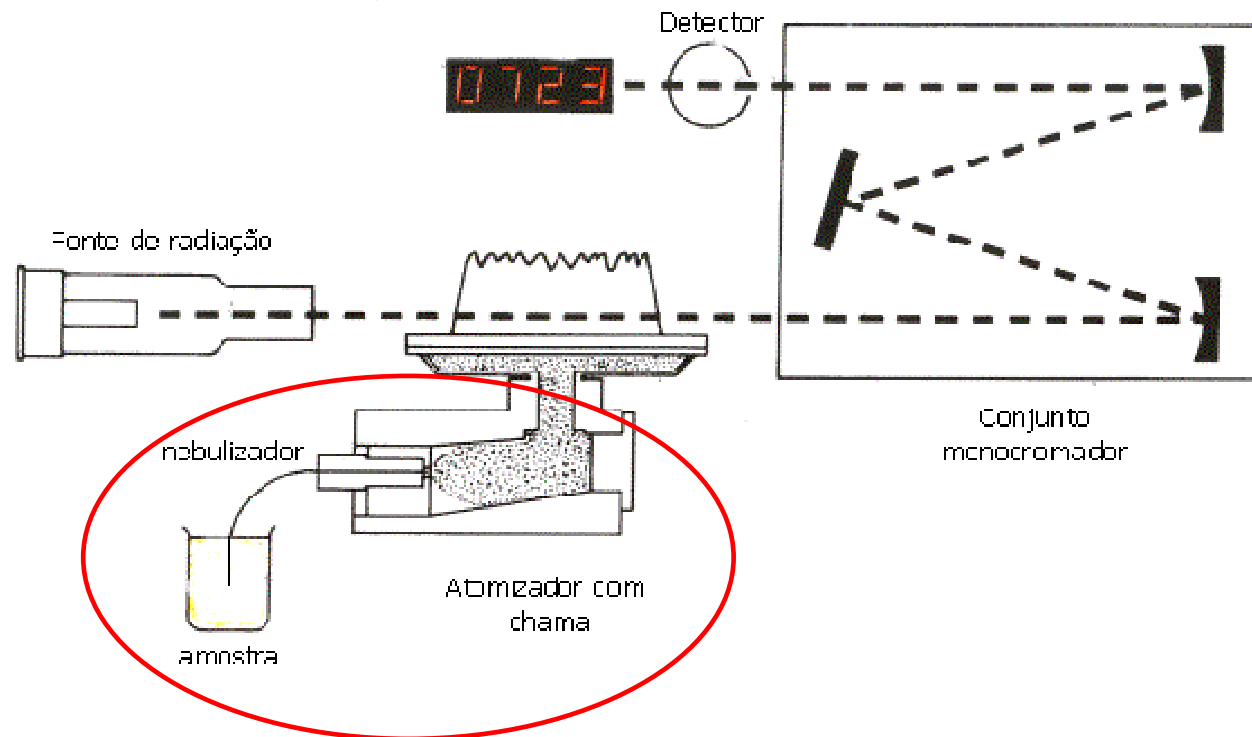
11 10 2008

Esquema geral



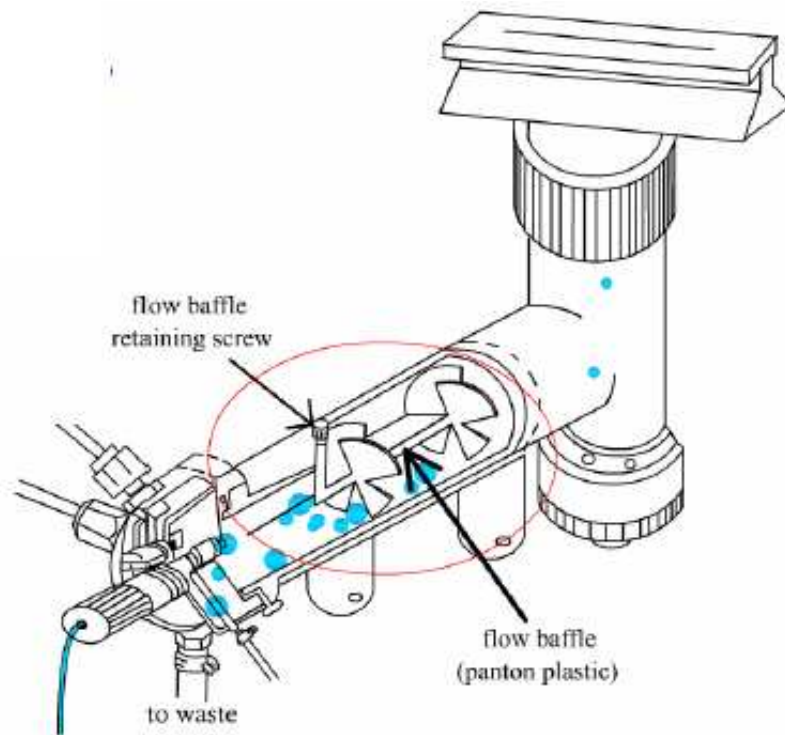
Princípios da absorção atômica

- Esquema geral



Introdução da amostra

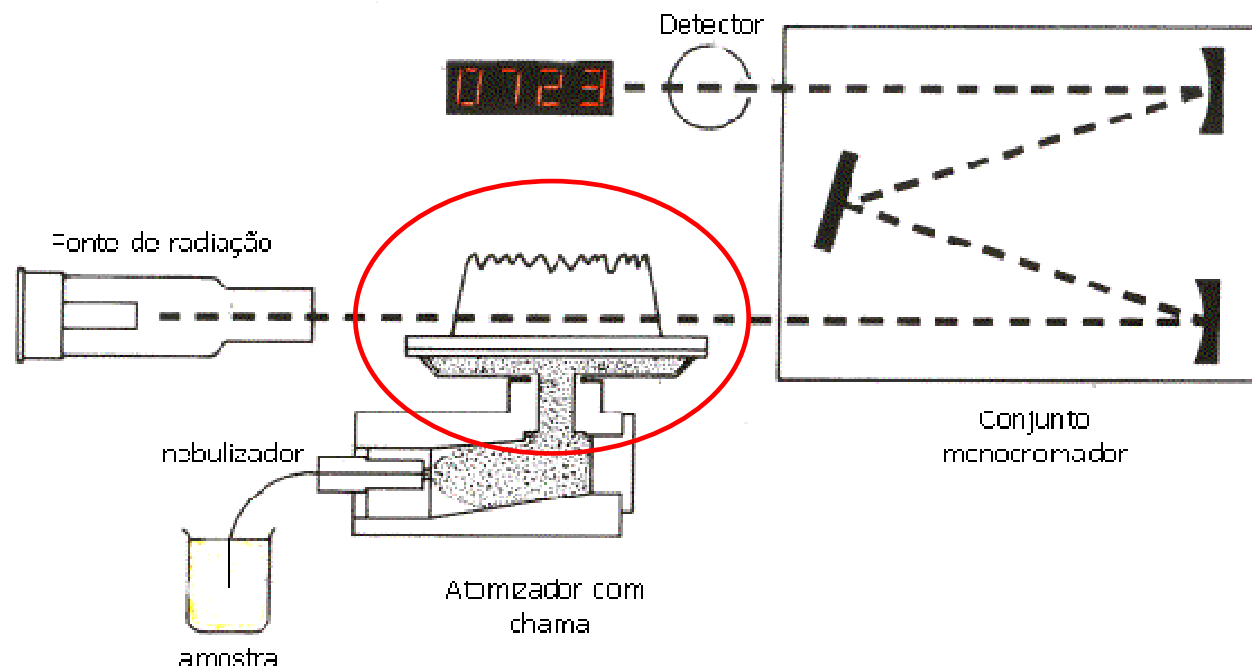
90 a 95% da amostra é
direcionada p/ o dreno



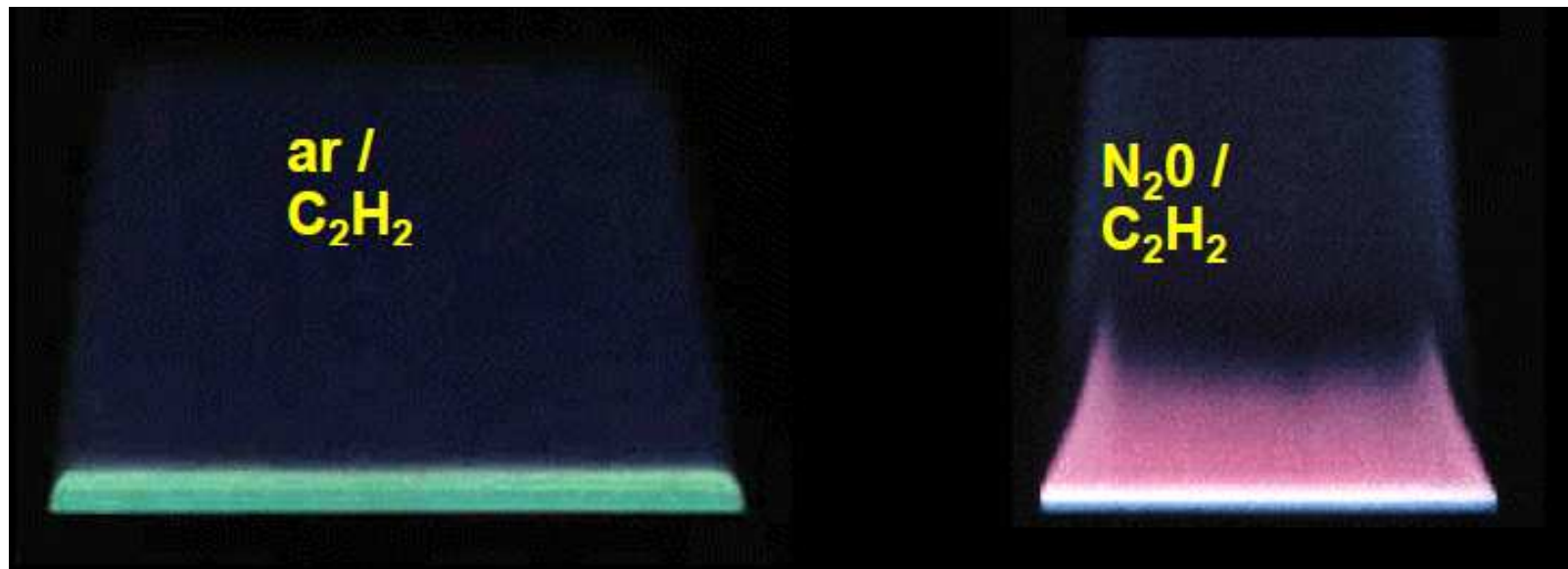
Tempo na chama:

1 a 2 ms

Esquema geral



Queimador



2250°C

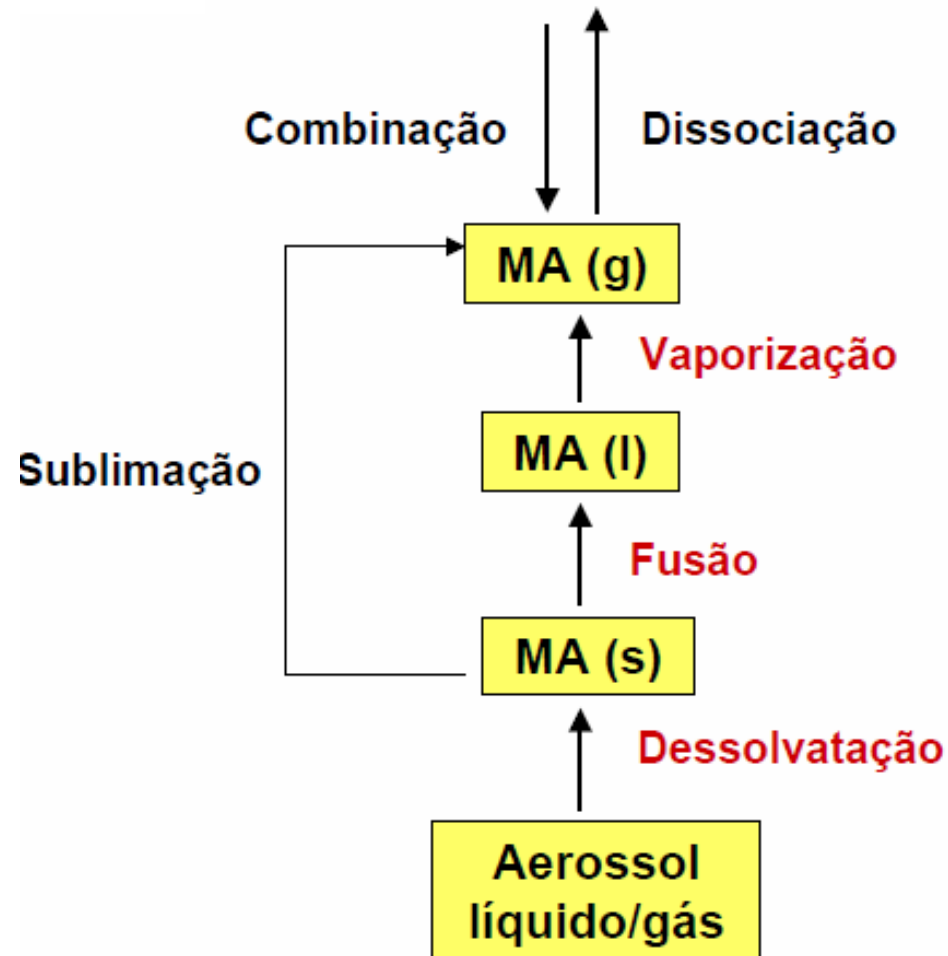
2850°C

Chama

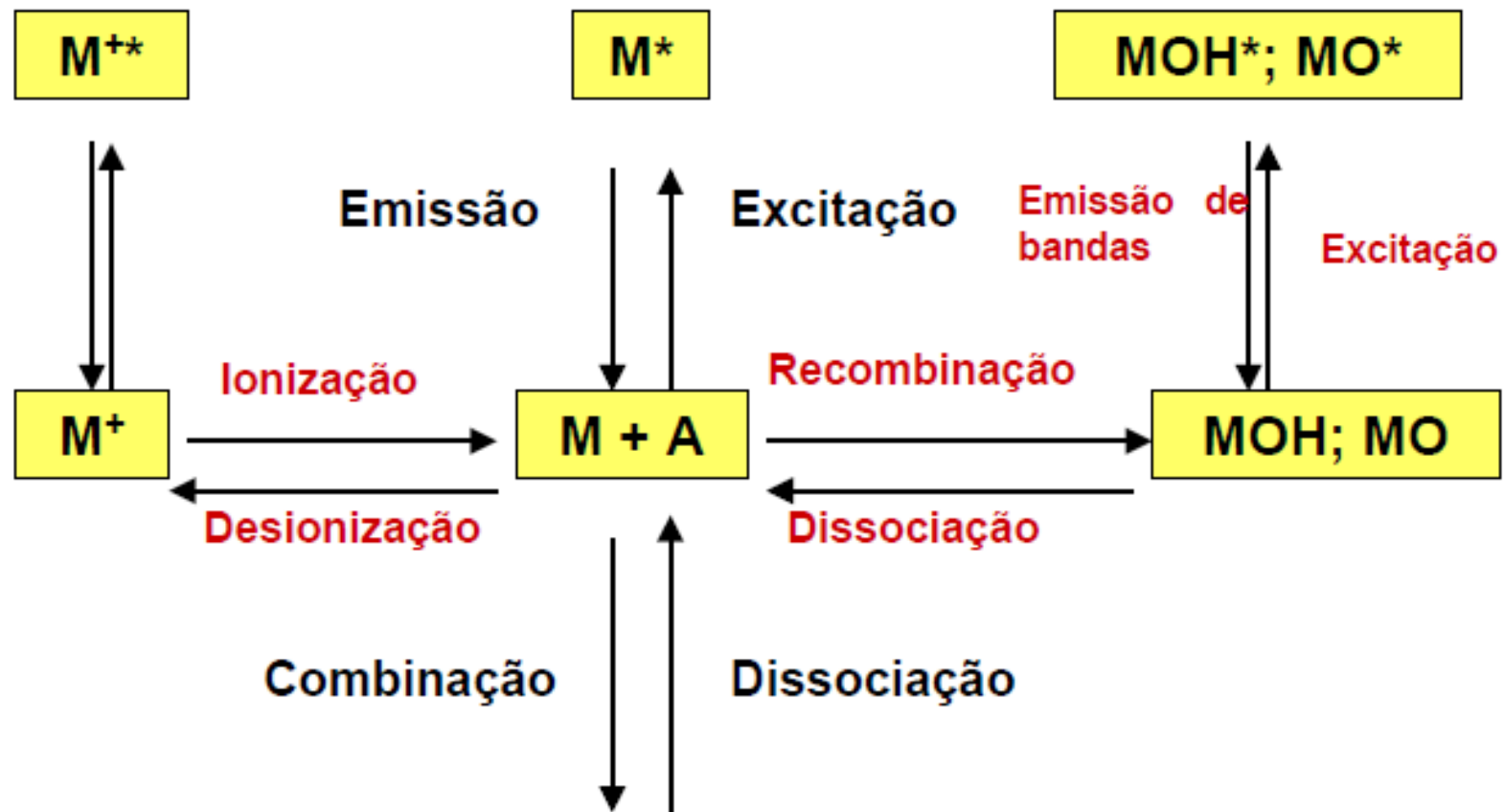
- Redutora: aumento da proporção C_2H_2/Ar ;
- Melhora a atomização de elementos que formam óxidos refratários;

- Oxidante: diminuição da proporção C_2H_2/Ar ;
- Facilita a atomização de elementos via óxido.

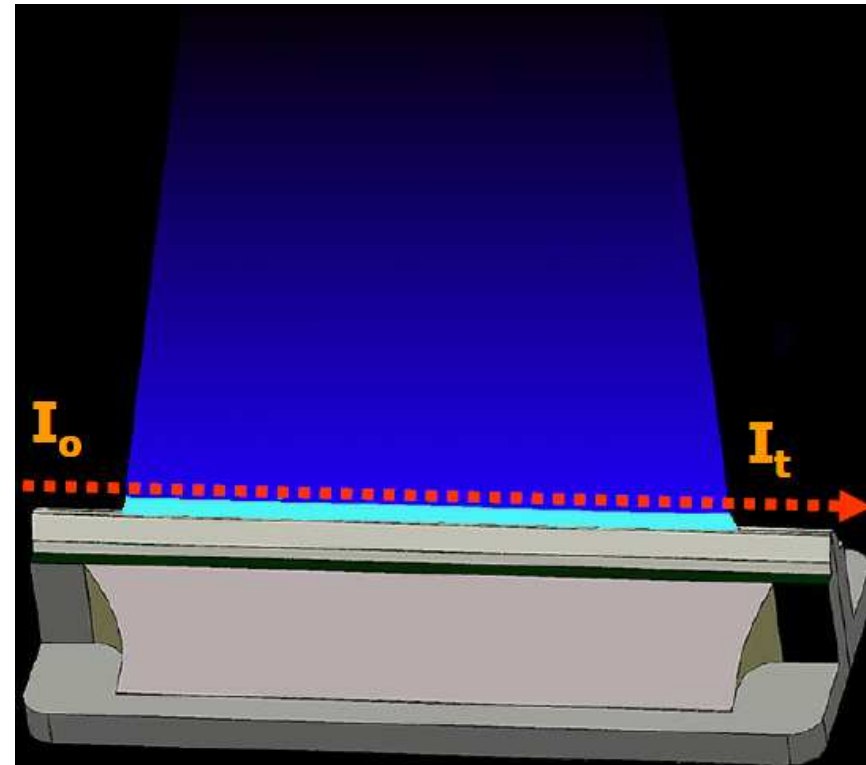
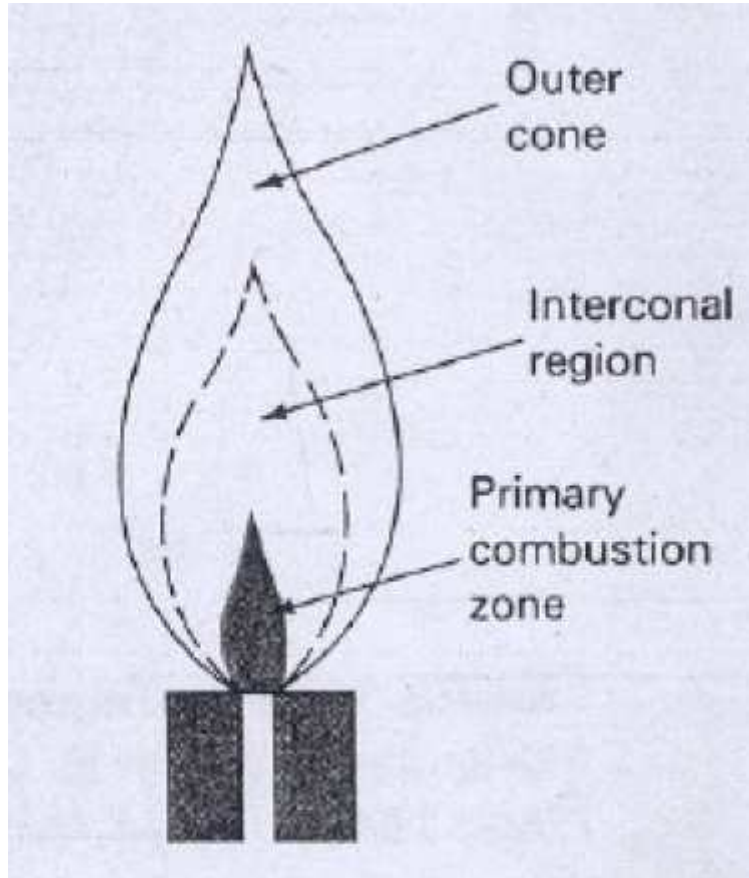
Processos na chama



Processos na chama



Altura de leitura - °T



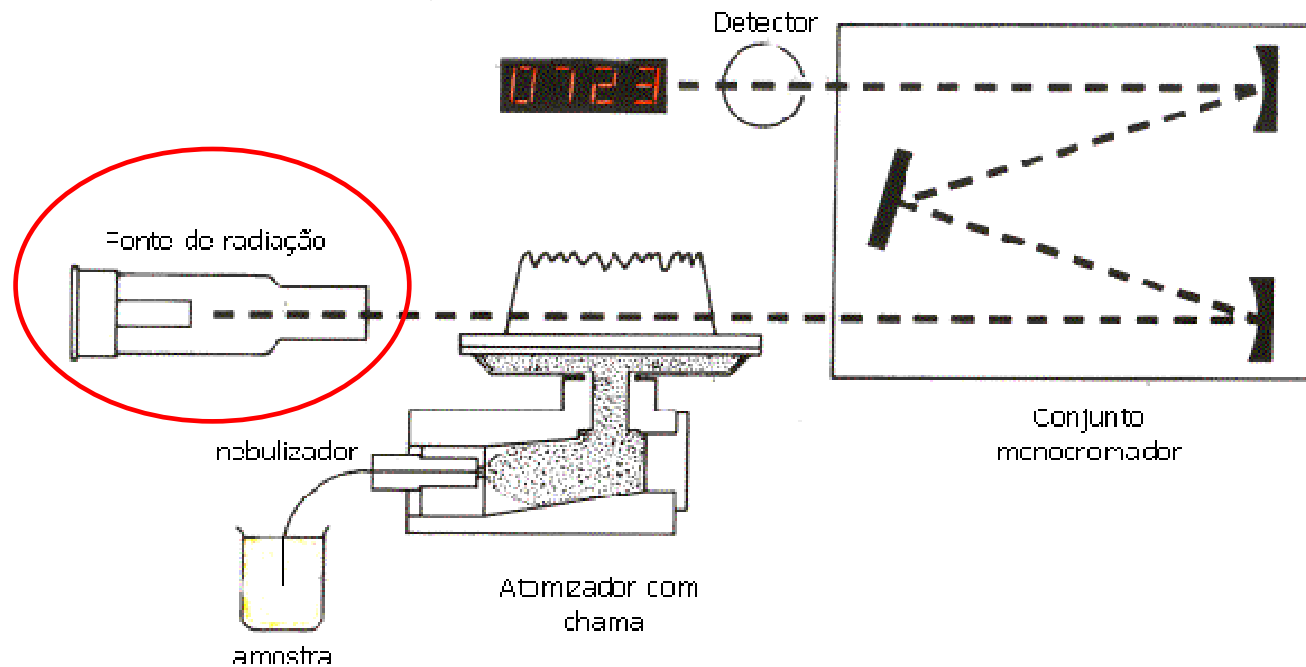

VARIAN

AA240FS
Fast Sequential Atomic
Absorption Spectrometer



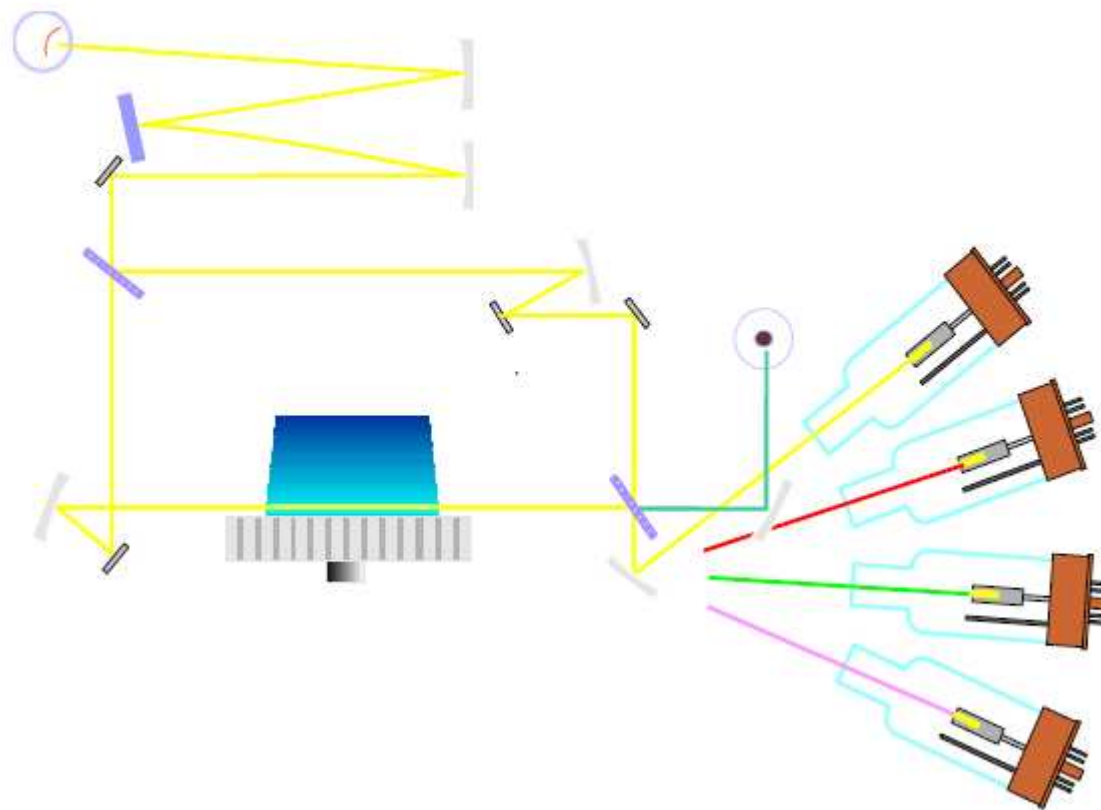
11 10 2008

Esquema geral

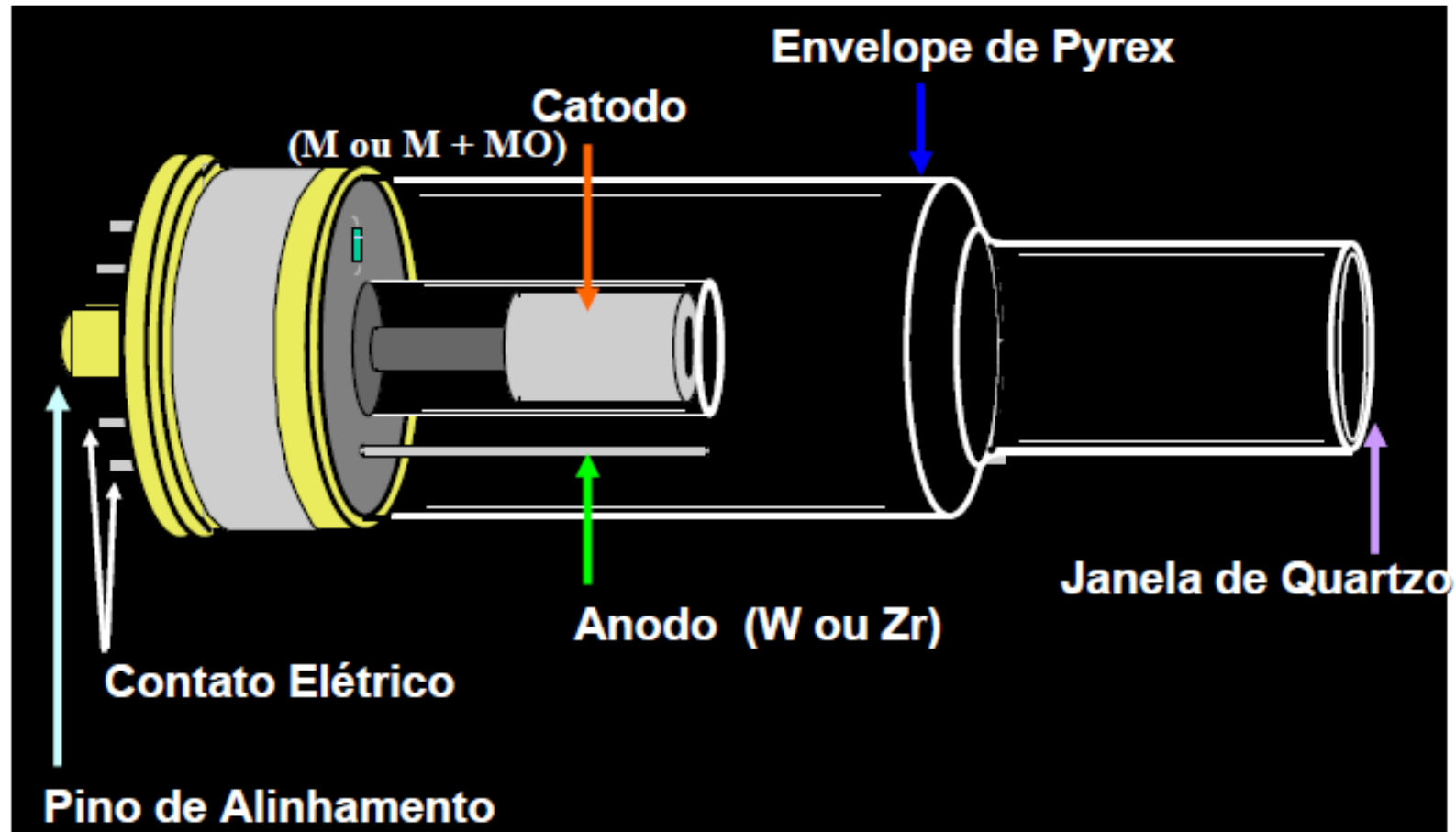


Fonte de Radiação

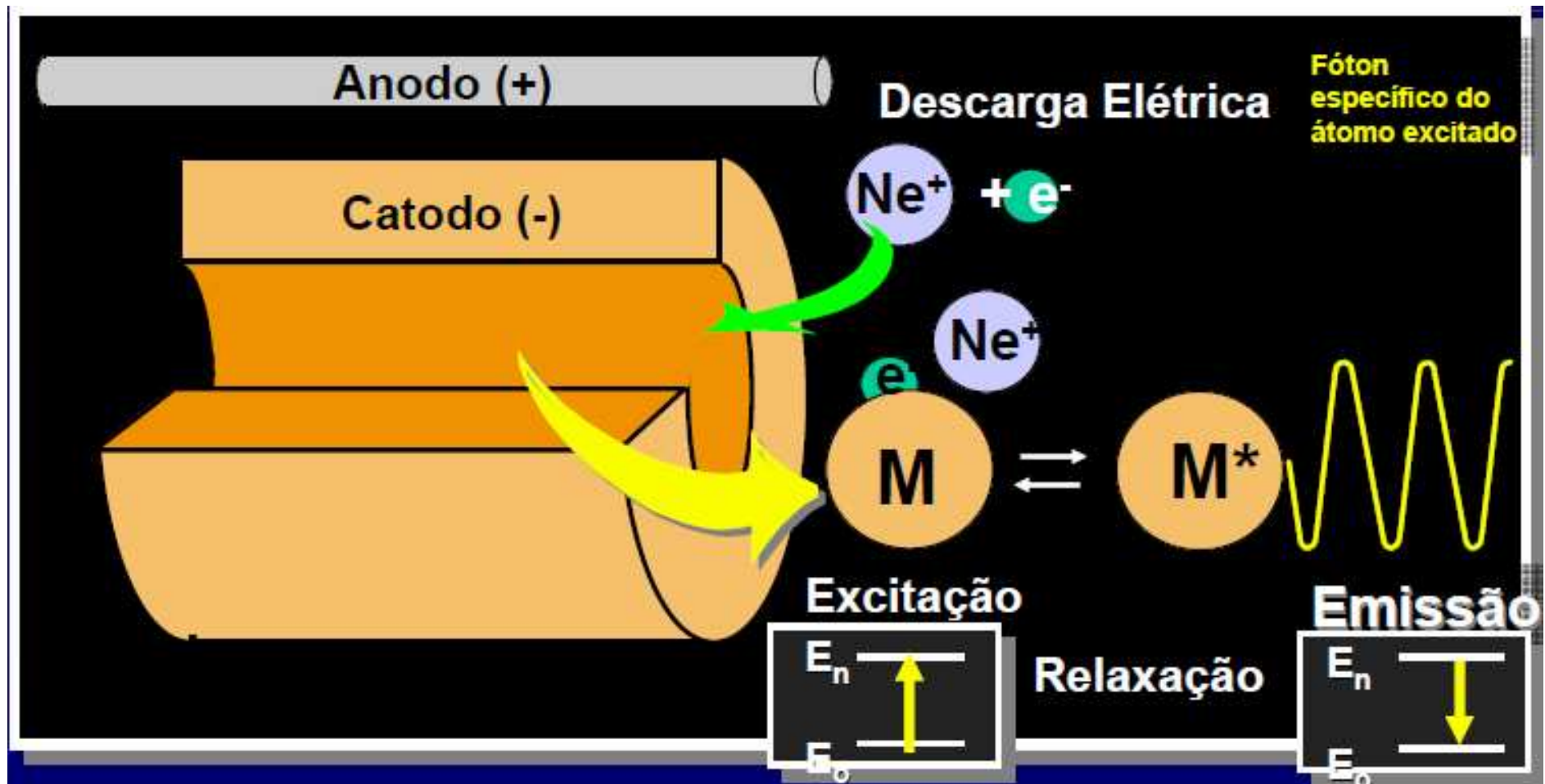
Fast sequential - Varian



Fonte de Radiação



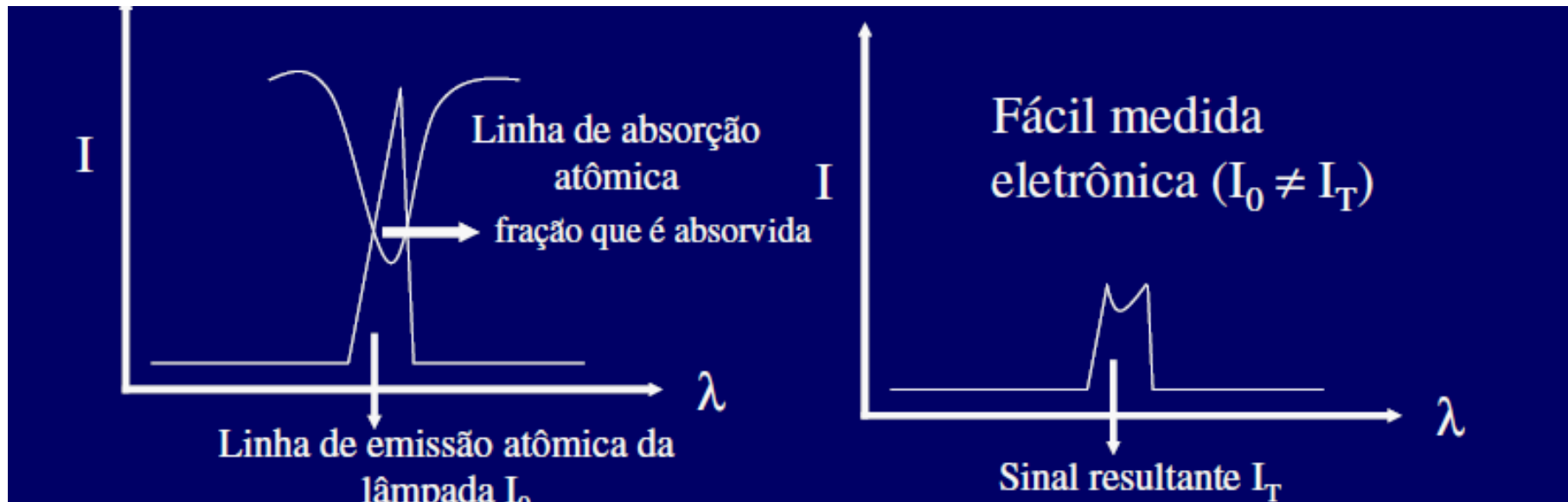
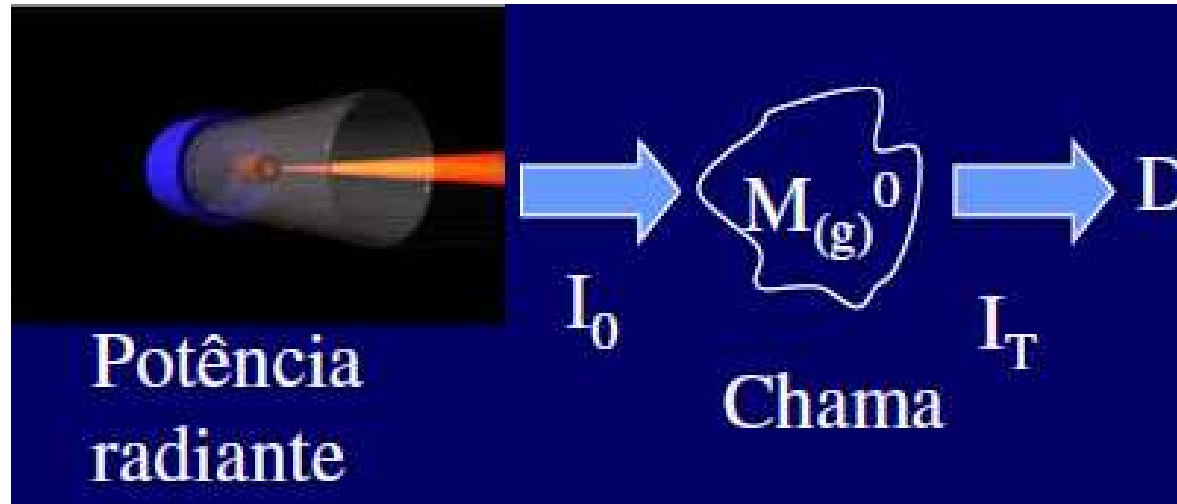
Fonte de Radiação



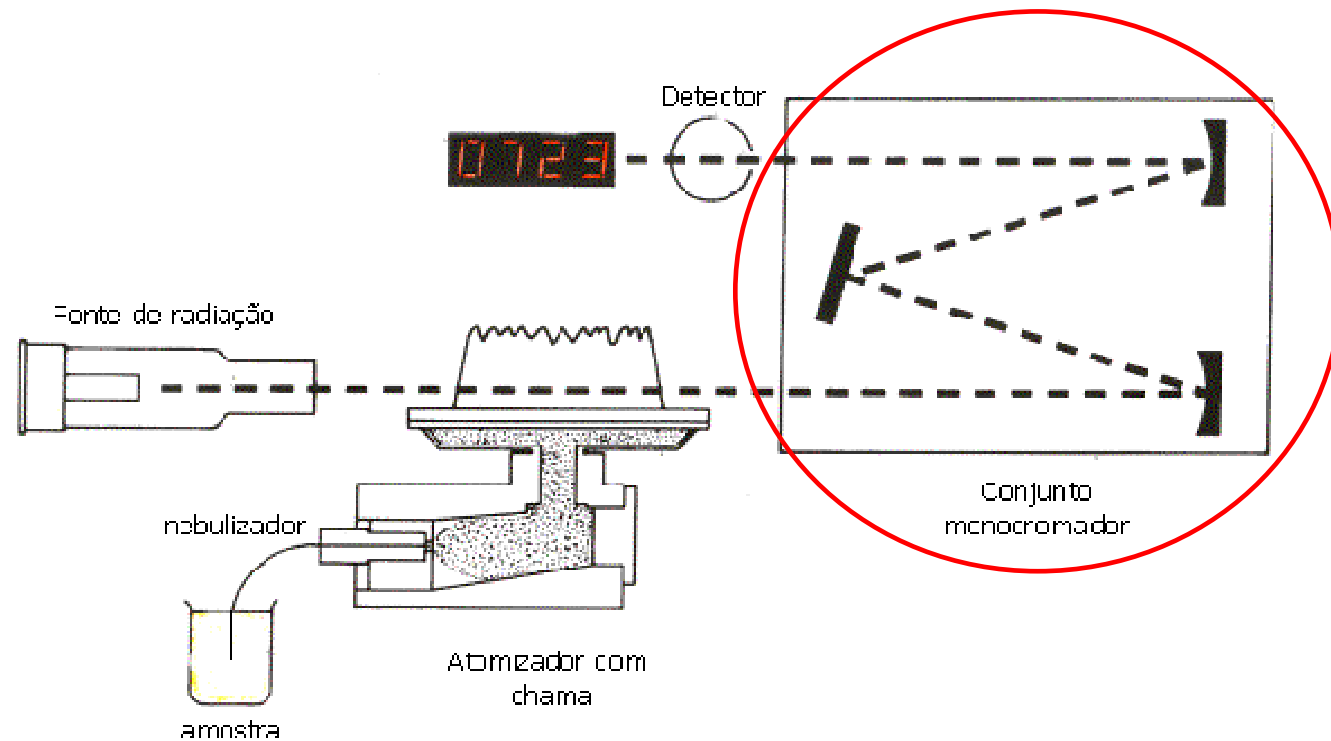
Fonte de Radiação

- Gás inerte é excitado por uma descarga elétrica;
- Colide com o cátodo;
- Extração do metal;
- Colisões secundárias = átomo excitado;
- Retorno ao estado fundamental = emissão;
- Cátodo = 1 elemento ou liga metálica.

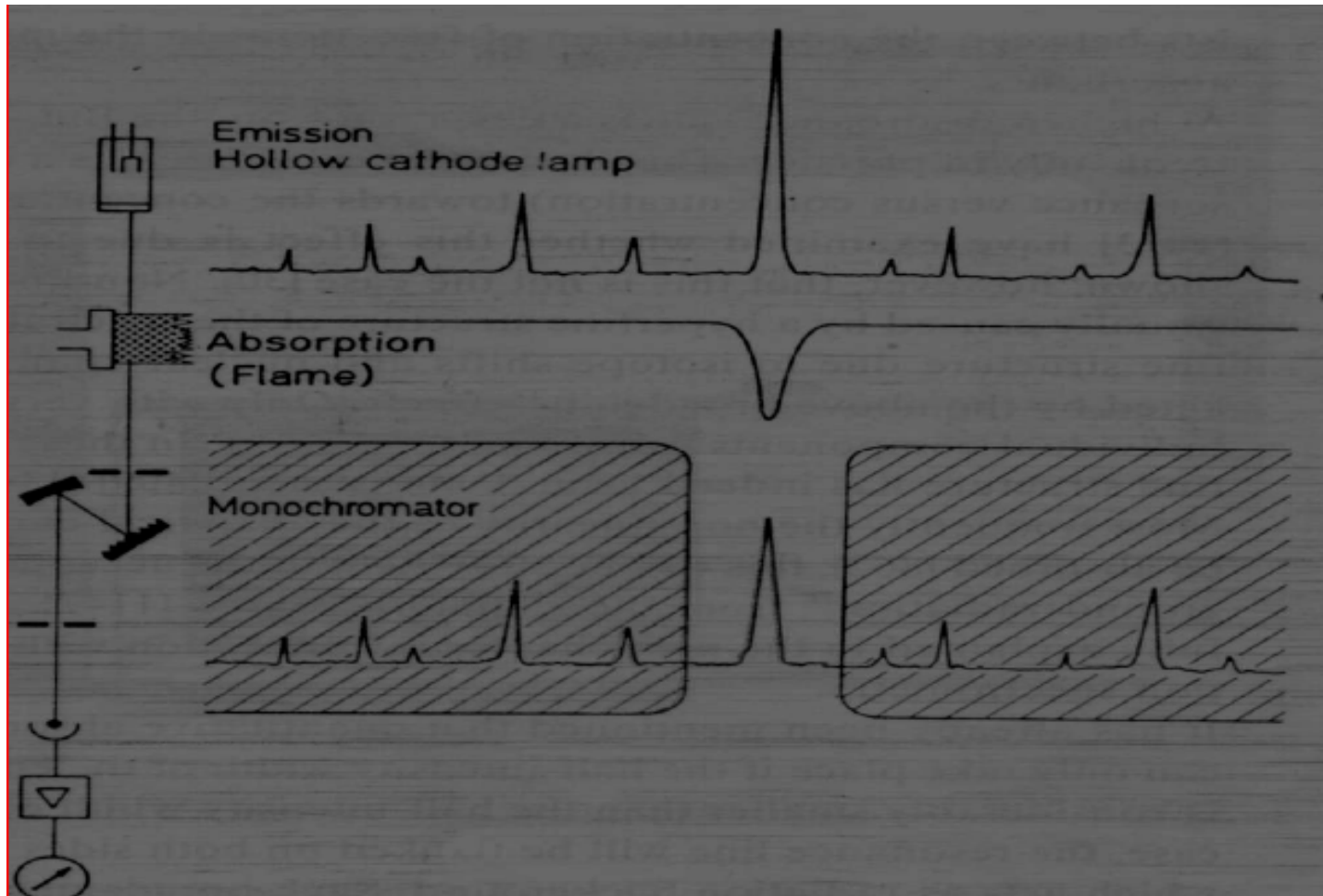
Fonte de Radiação



Esquema geral



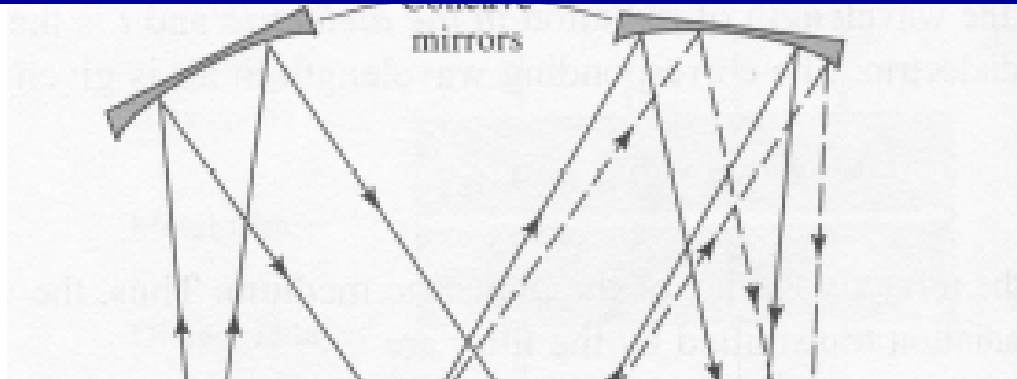
Monocromador



- Grade
conter

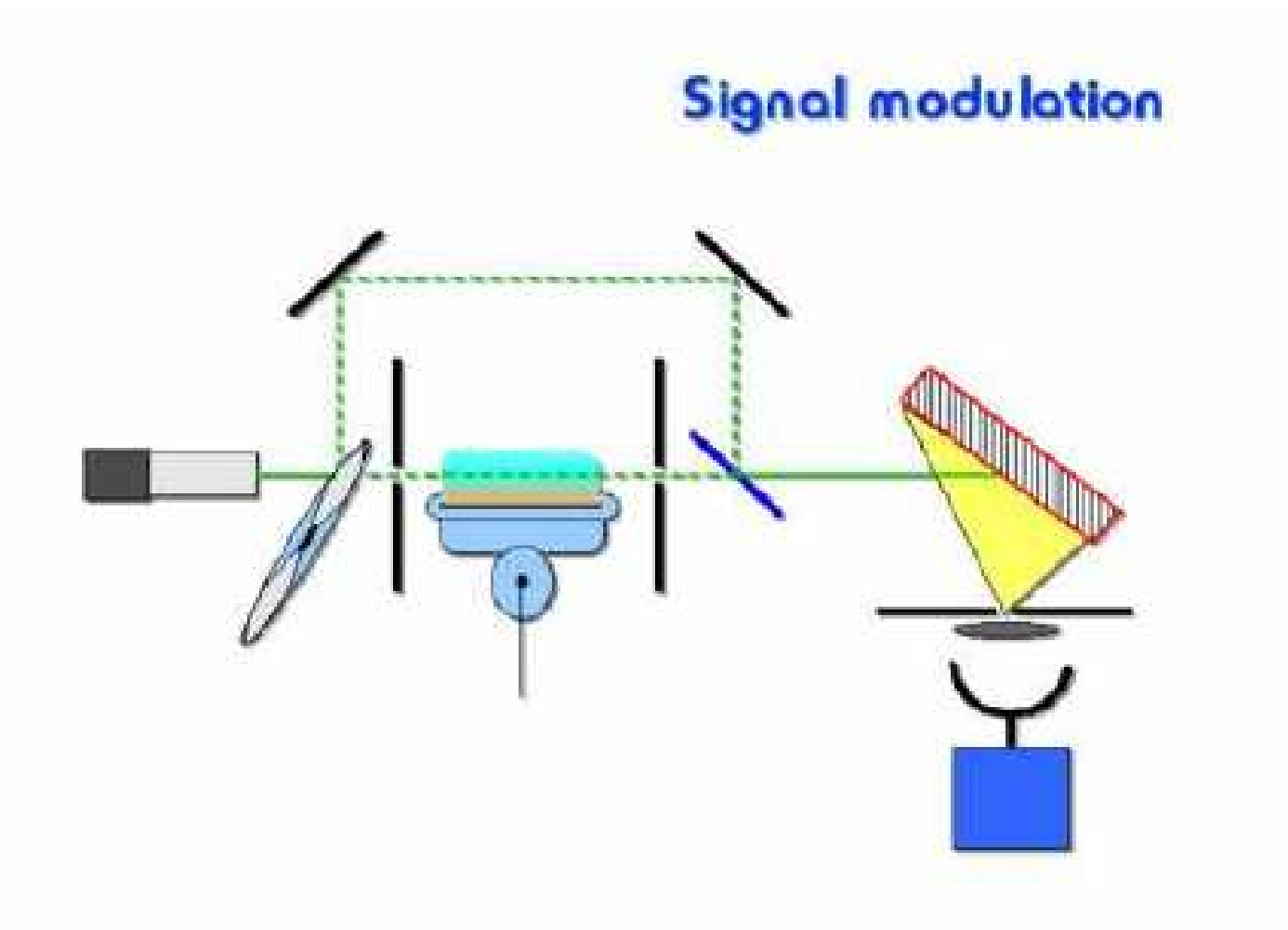
Se a lâmpada emite
um único comprimento
de onda, por que o
monocromador?

(s/mm)

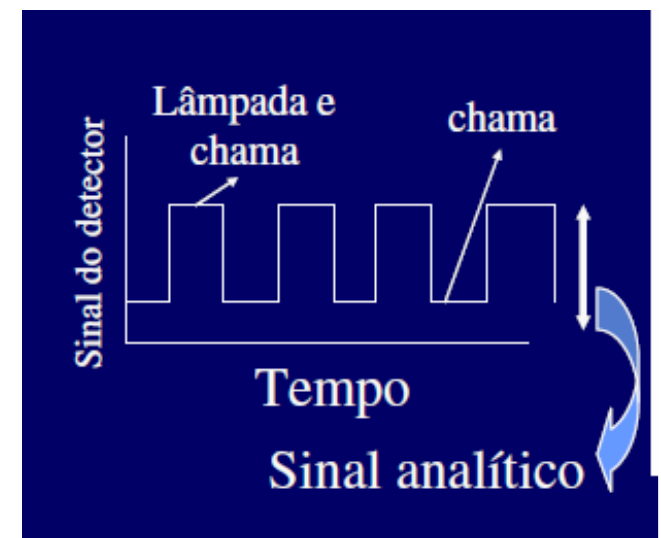
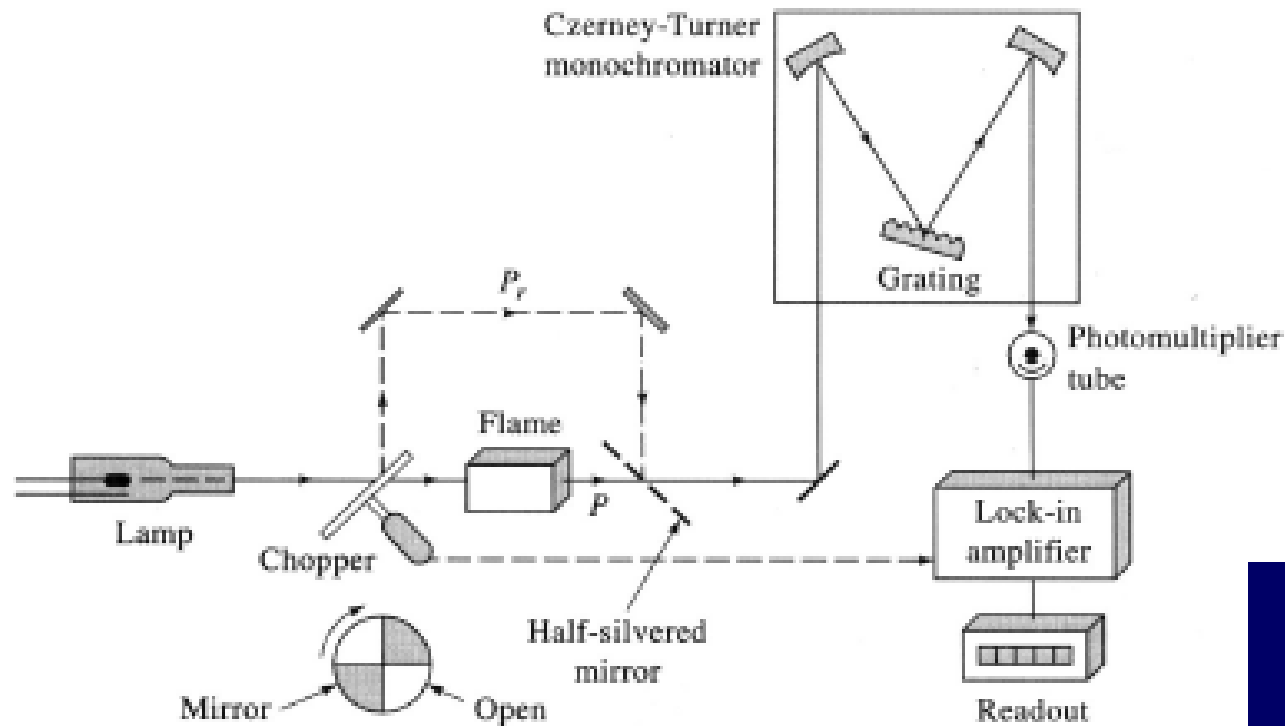


Processos na chama
Ambiente aberto

Emprego do Chopper



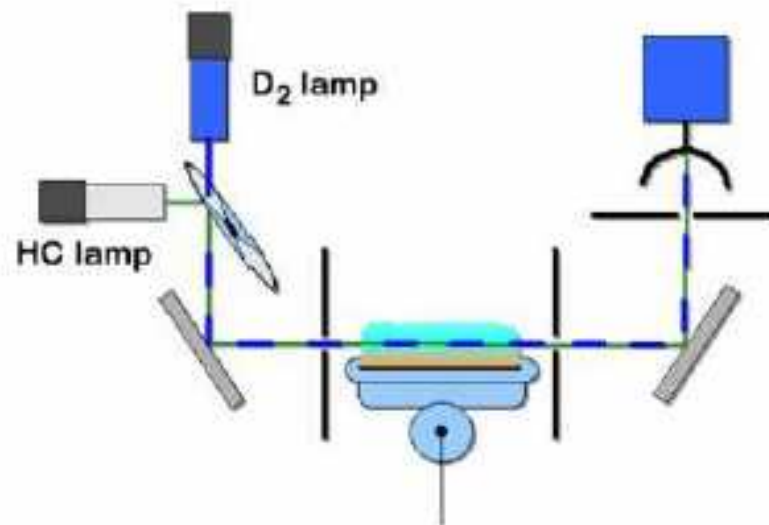
Emprego do Chopper



Duplo Feixe – Lâmpada de D₂

- Absorve na região de absorção molecular;
- 160 a 380 nm;
- Correção de radiação de fundo.

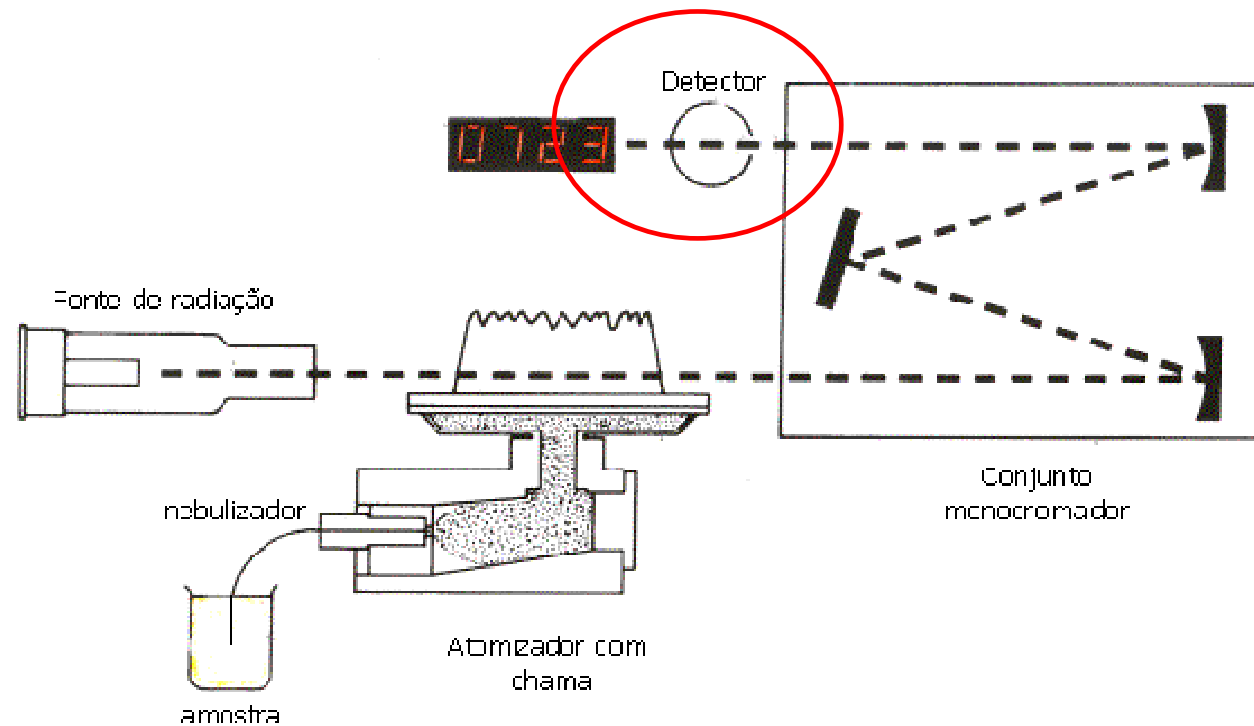
Background correction



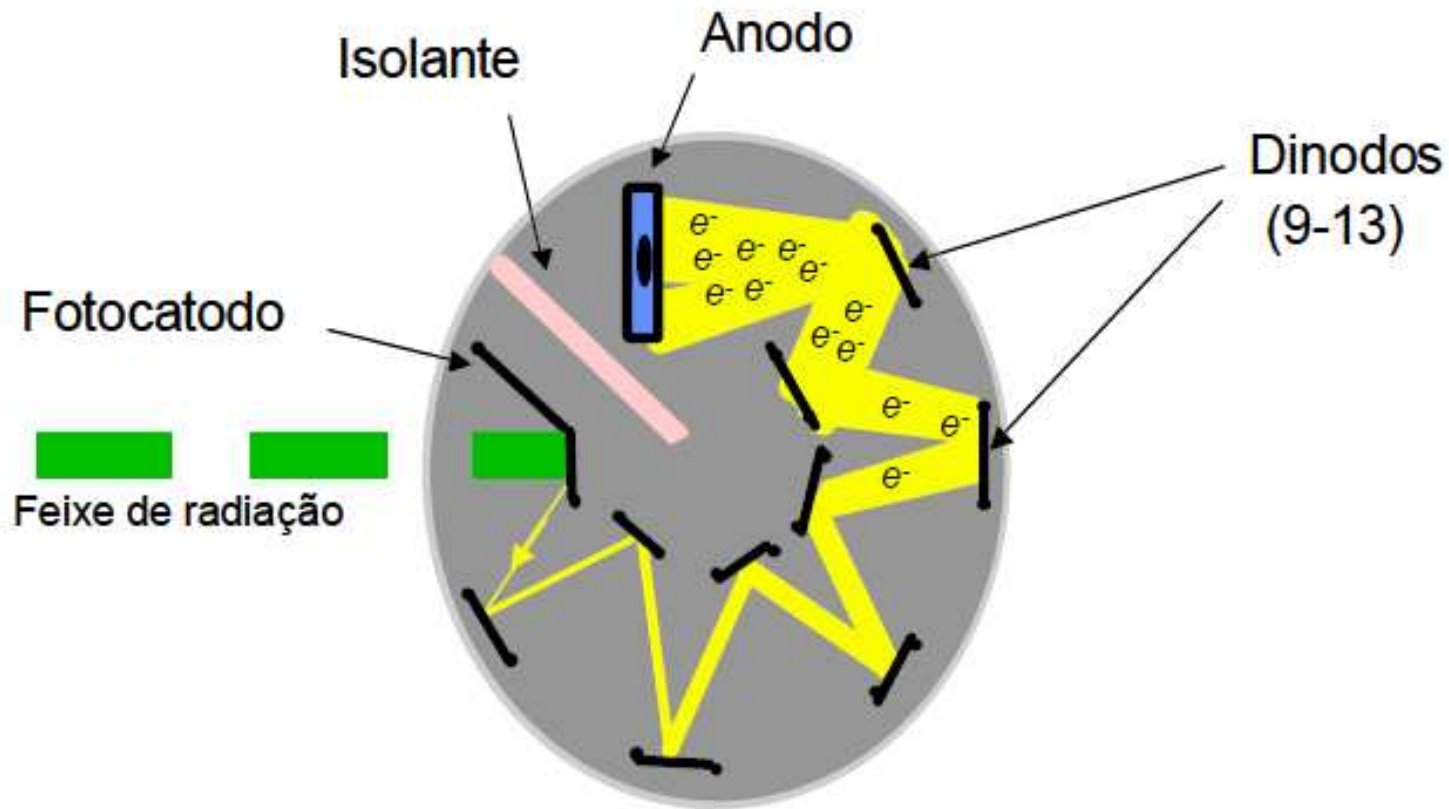
Correção – Lâmpada de D_2

- Radiação de D_2 e de HCL passam alternativamente pela chama, praticamente simultaneamente;
- Radiação de D_2 é absorvida pela de fundo (majoritariamente);
- Radiação de HCL é absorvida pela radiação de fundo e pelo analito;
- Diferença = sinal do analito.

Esquema geral



Detector – Fotomultiplicadora



*Amplificação de sinal: 10^9

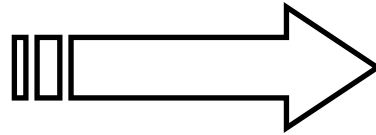
Cortesia VARIAN

Referências

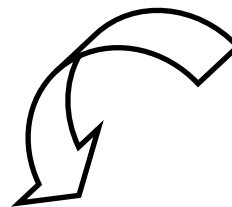
- D. C. Harris, *Análise Química Quantitativa*, 6^a ed., 2005.
- F. J. Krug, J. A Nóbrega e P. V. Oliveira, *Espectrometria de Absorção Atômica*, 2004.
- Welz, B.; Sperling M., *Atomic Absorption Spectrometry*, 3^a ed., 1999.

Determinações multi-elementares usando espectrometria de absorção atômica

Métodos
Analíticos



Determinações
multi-elementares

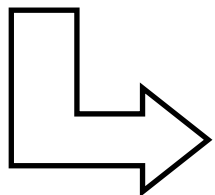


Maior frequência analítica
Redução de custos

Espectrometria de Absorção Atômica (AAS)

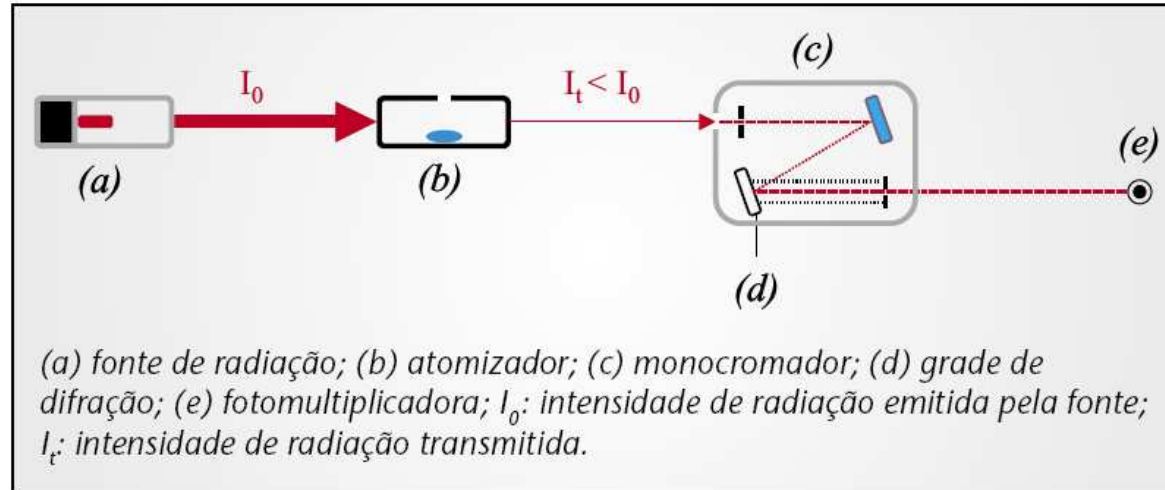
Determinações multi-elementares simultâneas e seqüenciais

Determinação multi-elementar simultânea

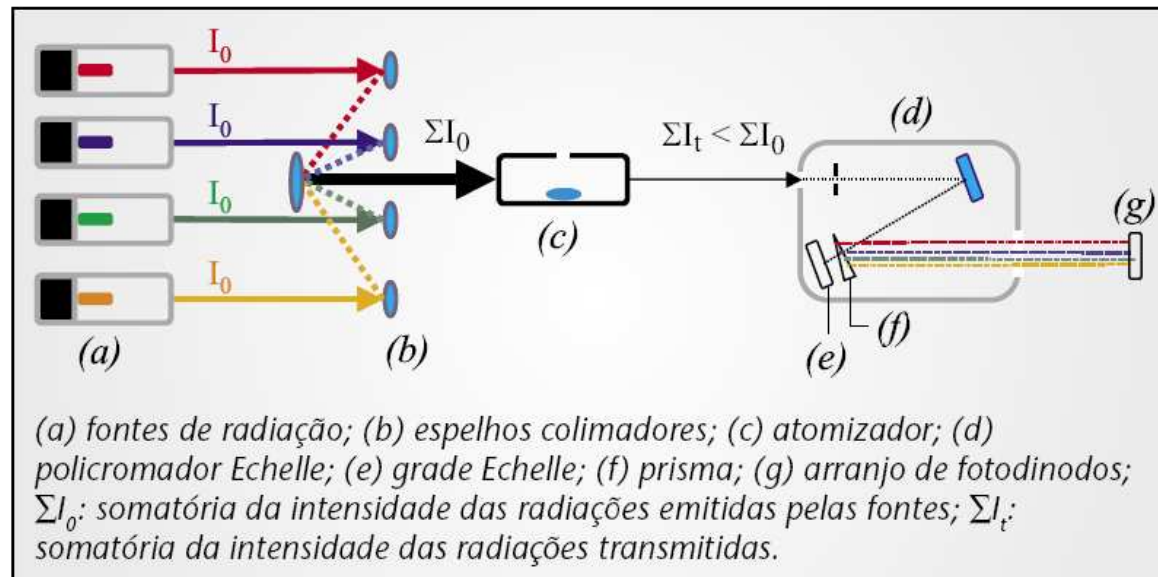


Butler e Strasheim, 1965
Sullivan e Walsh, 1967

Determinação multi-elementar sequencial



Configuração tradicional do AAS mono-elementar



Configuração instrumental do AAS multi-elementar

Determinação multi-elementar sequencial



Redução no tempo total de análise



Redução no volume de amostra



Possibilidade do uso de padronização interna

⇒ FS AAS: realiza a medida de todos os elementos em uma amostra para então avançar para a amostra seguinte;

⇒ AAS Convencional: realiza a medida de um elemento para todas as amostras para depois analisar a próxima amostra.

Determinação multi-elementar sequencial

Uso do método de elemento de referência para determinação multi-elementar sequencial

Projahn et al., 2004

- ↳ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↳ Velocidade de varredura do monocromador: 33 nm s^{-1} ;
- ↳ Fonte de radiação: lâmpadas de cátodo oco;
- ↳ Frequência analítica: superior a de um ICP OES sequencial;

Determinação multi-elementar sequencial

Wang et al., 2003, 2005

- ↳ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↳ Determinação multi-elementar sequencial de metais após etapa de pré-concentração em coluna.

Wang, A. X.; Zhang, Z. Y.; Lu, J. J.; Cui, X. Y.; *Spectroscopy and Spectral Analysis* **2003**, 23, 785.
Wang, A. X.; Guo, L. P.; Zhang, H.; *Chin. J. Anal. Chem.* **2005**, 33, 385.

Determinação multi-elementar sequencial

Niedzielski, 2005

- ↳ Cromatografia líquida de alta performance acoplada à detecção por espectrometria de absorção atômica com geração de hidretos funcionando no modo sequencial (HPLC-HG-FS AAS);
- ↳ Especificação de Arsênio e Selênio inorgânicos;
- ↳ Amostras: água;
- ↳ Atomização: tubo de quartzo aquecido eletricamente à 900°C.

Determinação multi-elementar sequencial

Amorim e Ferreira, 2005

- ↪ Determinação sequencial de Cd e Pb;
- ↪ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↪ Amostras: sal de consumo humano.

da Silva et al., 2006

- ↪ Determinação sequencial de Zn e Mn;
- ↪ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↪ Amostras: chocolate em pó.

Amorim, F. A. C.; Ferreira, S. L. C.; *Talanta* **2005**, 65, 960.

da Silva, E. G. P.; Santos, A. C. D.; Costa, A. C. S.; Fortunato, D. M. D.; Jose, N. M.; Korn, M. G. A.; dos Santos, W. N. L; Ferreira, S. L. C.; *Microchem. J.* **2006**, 82, 159.

Determinação multi-elementar sequencial

da Silva et al., 2006

- ↳ Determinação sequencial de Fe;
- ↳ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↳ Amostras: etanol combustível hidratado.

Ferreira et al., 2007

- ↳ Determinação sequencial de Fe e Mn;
- ↳ FS FAAS – Fast Sequential Atomic Absorption Spectrometry;
- ↳ Amostras: vinho.

da Silva, J. E.; da Silva, F. A.; Pimentel, M. F.; Honorato, R. S.; da Silva, V. L.; Montenegro, B. S. M.; Araujo, A. N.; *Talanta* **2006**, 70, 522.

Ferreira, S. L. C.; Souza, A. S.; Brandão, G. C.; Ferreira, H. S.; dos Santos, W. N. L.; Pimentel, M. F.; Vale, M. G. R.; *Talanta* **2007**, .