

# **TRABAJO PRÁCTICO N°8**

## **ESPECTROSCOPIA ATÓMICA**

**PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA**

**PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA**

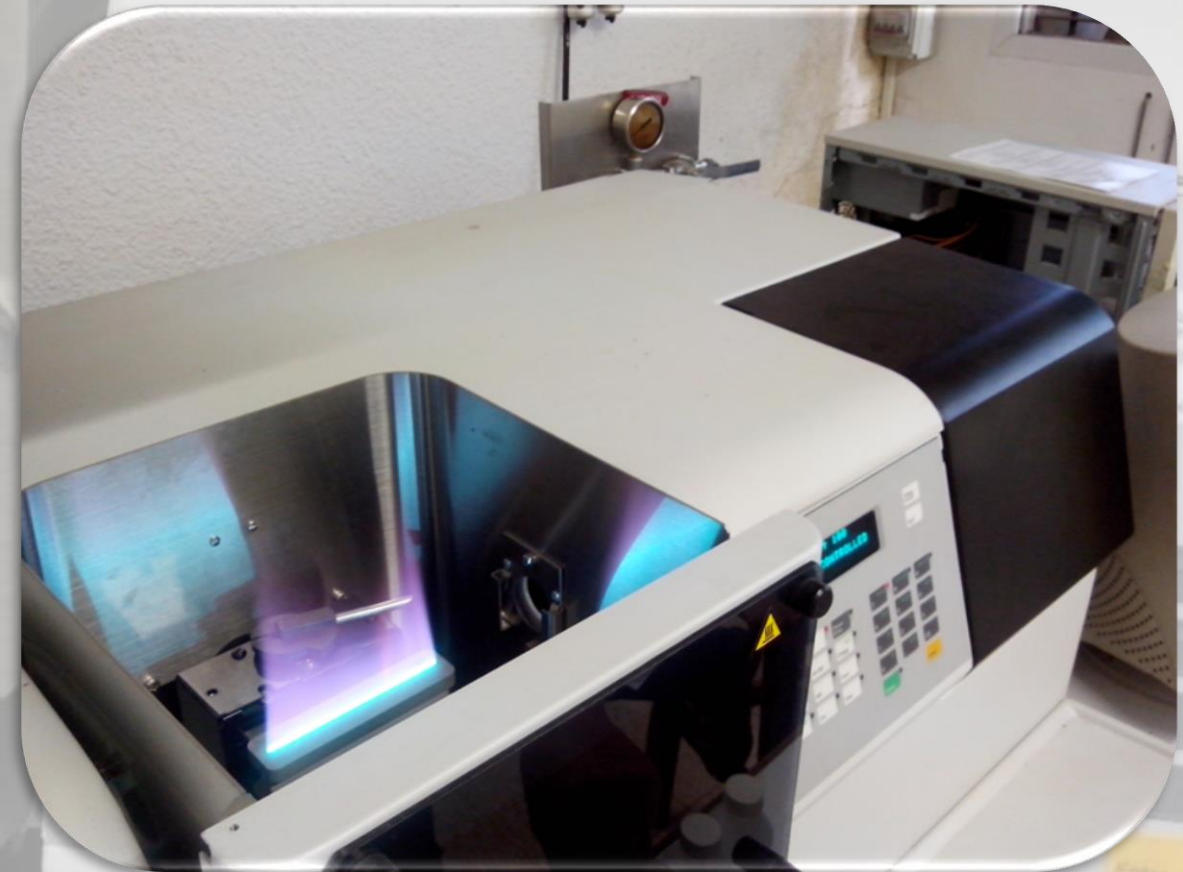
**Química Analítica Instrumental**

**Facultad de Ciencias Exactas**

**Universidad Nacional de La Plata**

**Mayo 2021**

***Bioq. Christian Byrne***



## Espectros atómicos

Los electrones más externos de los átomos tienen niveles de energía cuantizados.  
La diferencia de energía entre esos niveles es característica de cada elemento

ENERGÍA

El diagrama muestra un eje vertical negro con una flecha hacia arriba que indica el aumento de energía. A la izquierda del eje, el texto 'ENERGÍA' está escrito en mayúsculas. A la derecha del eje, se encuentran tres líneas horizontales negras que representan los niveles de energía. La línea superior está etiquetada como 'estados excitados', la línea intermedia no tiene etiqueta, y la línea inferior está etiquetada como 'estado fundamental'. El fondo de la imagen está decorado con un patrón repetitivo de átomos con núcleos y electrones orbitando.

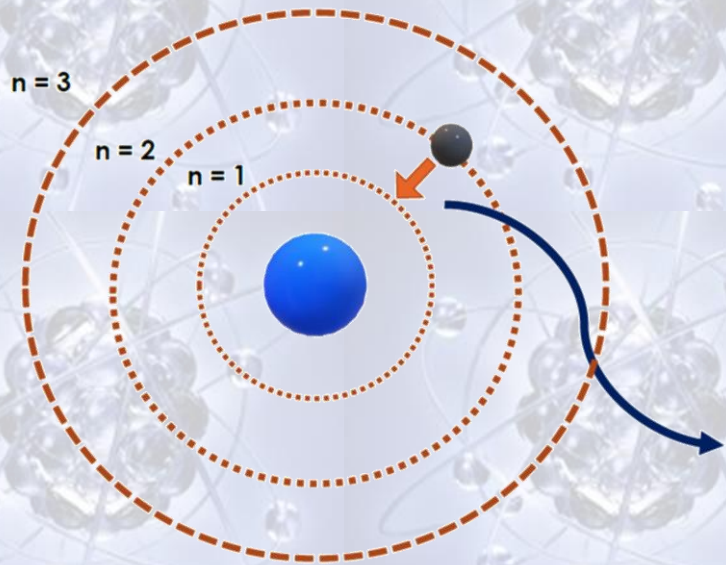
**estados excitados**

**estado fundamental**

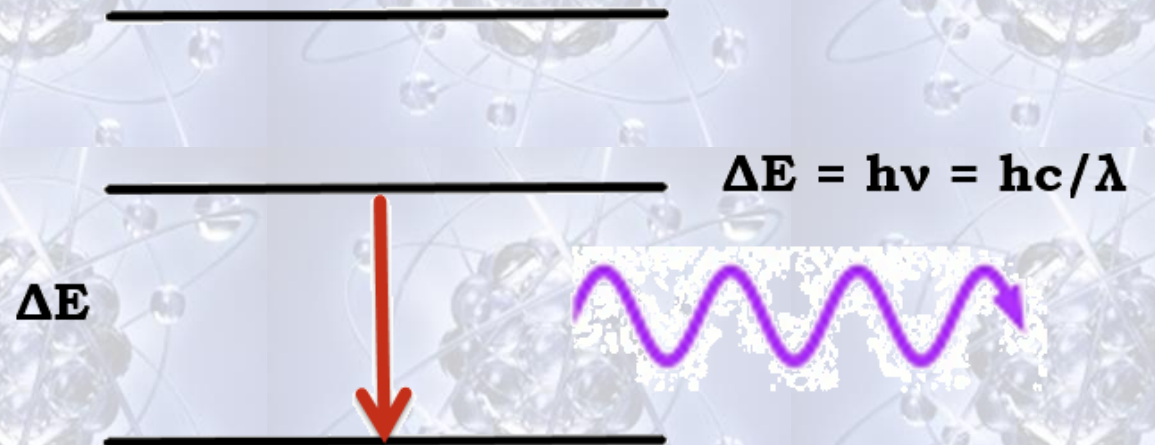
Cada átomo es capaz de emitir o absorber radiación electromagnética, y las longitudes de onda de esos fotones absorbidos o emitidos son propias de cada elemento

# Espectros atómicos

Si se estimula un determinado elemento en su fase gaseosa mediante suministro de energía térmica, sus átomos emiten radiación en ciertas longitudes de onda, que constituyen su espectro de emisión.

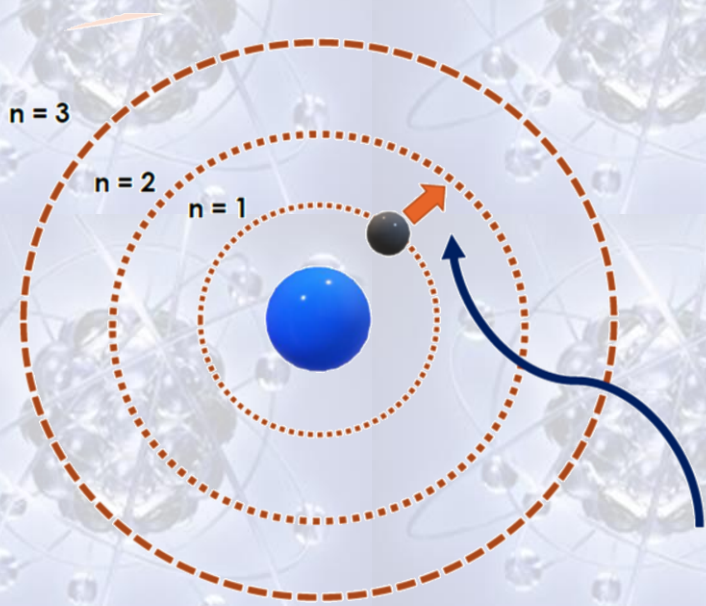


**EMISIÓN  
ATÓMICA**

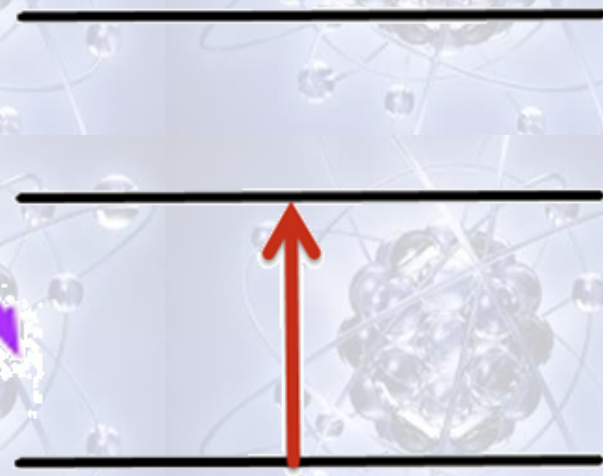


# Espectros atómicos

Si el mismo elemento, también en estado de gas, recibe radiación electromagnética, absorbe en ciertas longitudes de onda, precisamente las mismas en las que emite cuando se estimula mediante calor. Este será su espectro de absorción.



$$\Delta E = h\nu = hc/\lambda$$



**ABSORCIÓN ATÓMICA**

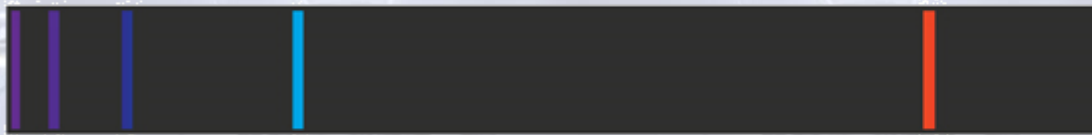
$\Delta E$

## Espectros atómicos

El átomo puede alcanzar diferentes estados excitados ( $E_1, E_2, E_3, \dots$ ). Cada uno de ellos absorbe/emite una radiación característica ( $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \dots$ ) obteniéndose así espectros caracterizados por un número de líneas discretas.



**Espectro continuo de luz blanca**



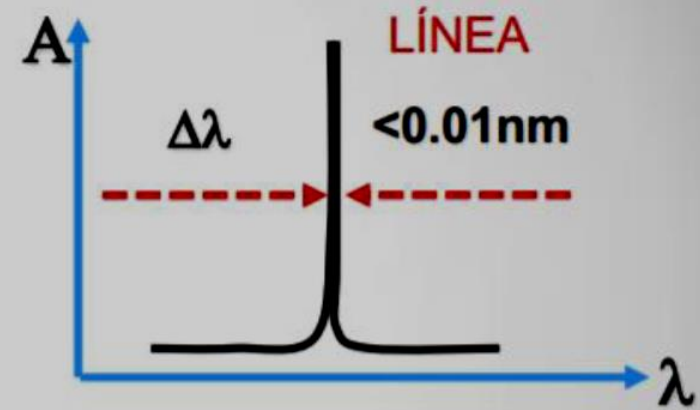
**Espectro de emisión**



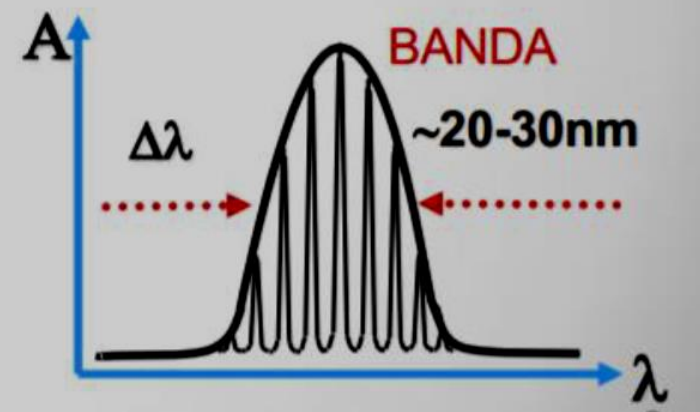
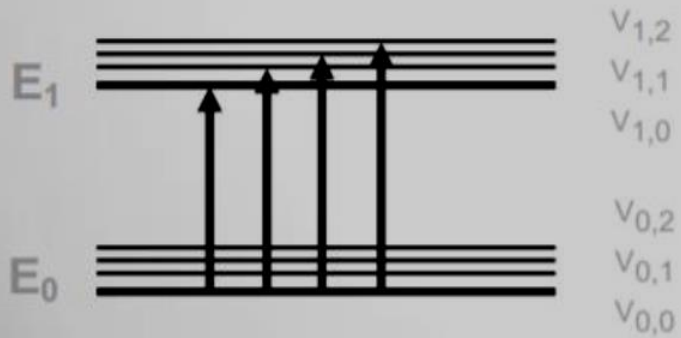
**Espectro de absorción**

# Espectros atómicos

## ÁTOMO

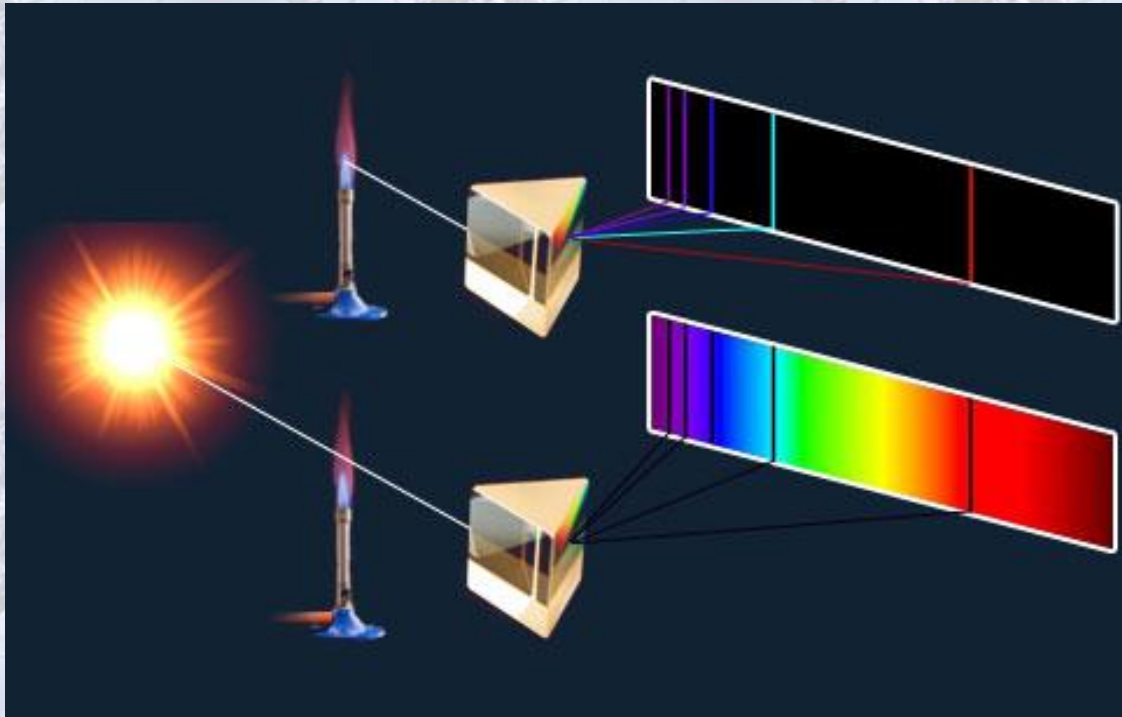


## MOLÉCULA



## Espectros atómicos

Todo elemento absorbe radiación en las mismas longitudes de onda en las que la emite. Así, los espectros de absorción y de emisión resultan ser, pues, el negativo uno del otro.



<https://lonewolfonline.net/spectroscopy/>

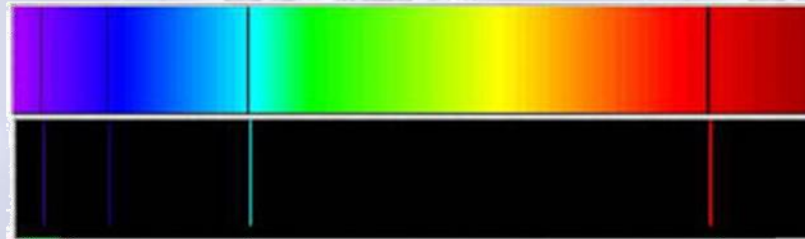


Robert Bunsen y Gustav Kirchhoff (1860)

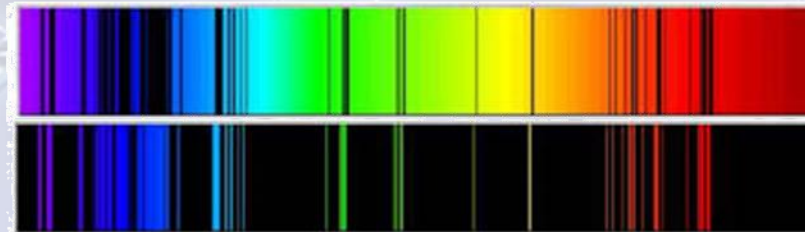
# Espectros atómicos

Todo elemento absorbe radiación en las mismas longitudes de onda en las que la emite. Así, los espectros de absorción y de emisión resultan ser, pues, el negativo uno del otro.

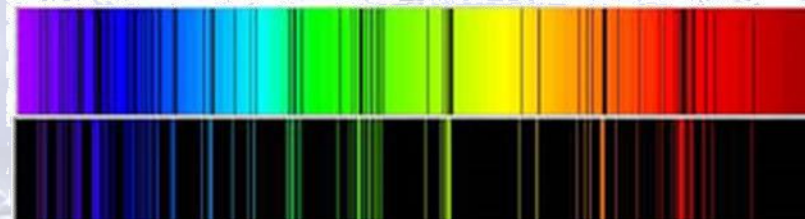
**Hidrógeno**



**Sodio**

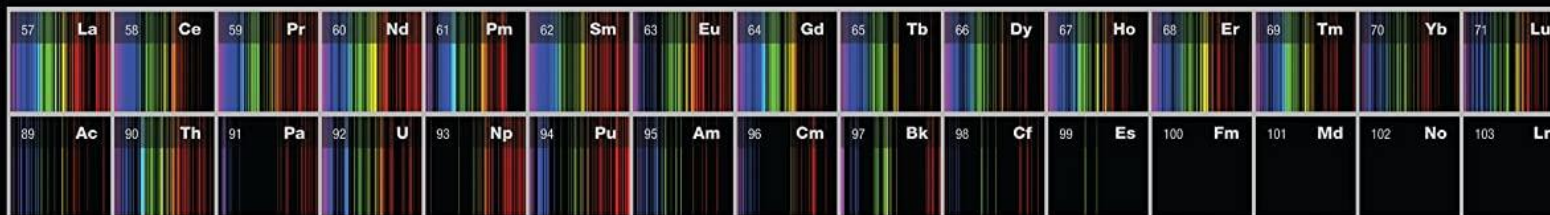
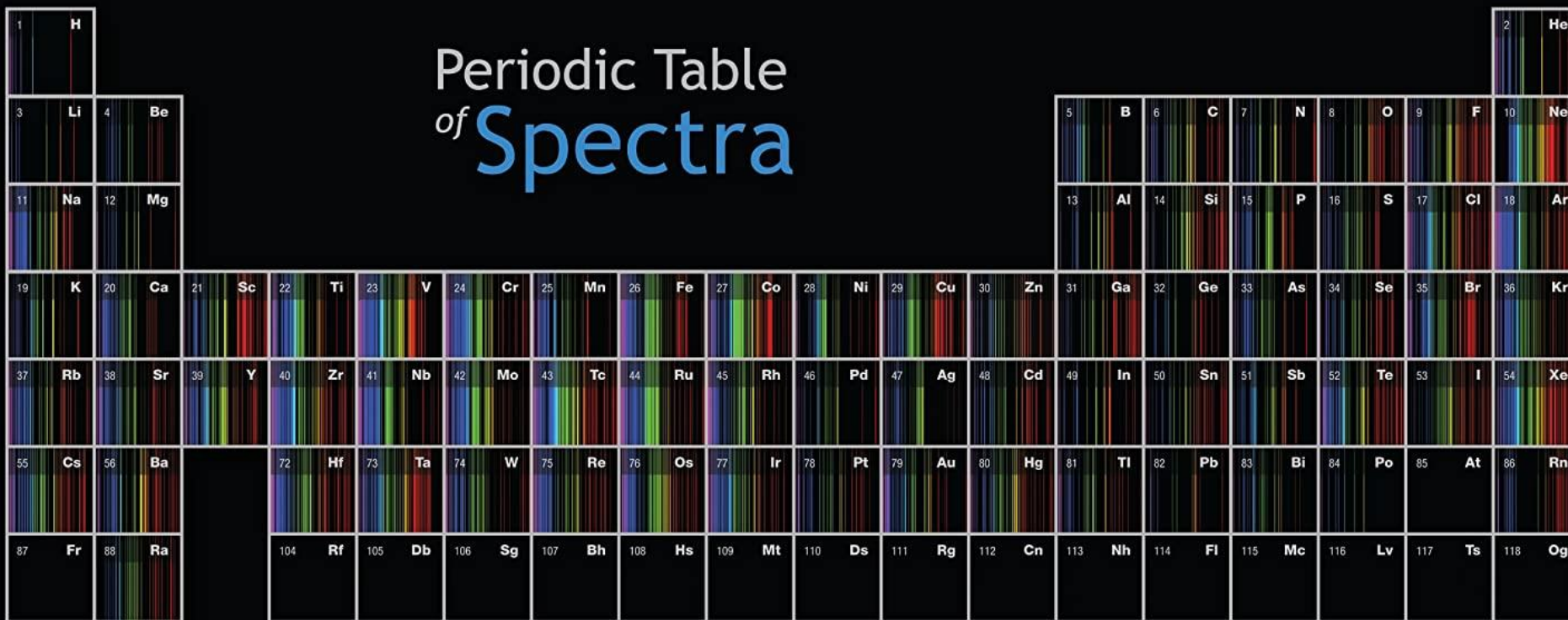


**Calcio**





Las líneas de emisión o absorción son características de cada elemento



## Espectroscopía atómica en química analítica



➤ **Atomización**

➤ **Estudio de la interacción entre la radiación electromagnética y los átomos:  
absorción, emisión o fluorescencia**

# Atomización

El estudio espectroscópico de átomos con radiación UV y visible sólo se puede hacer en fase gaseosa, que es donde los átomos se encuentran bien separados entre sí. Por eso el primer paso en todos los procedimientos espectroscópicos es la **atomización**, un proceso por el cual una muestra se volatiliza y descompone de forma que produce un gas atómico.

El rendimiento y reproducibilidad del paso de atomización determina en gran medida la sensibilidad, precisión y exactitud del método.

MUESTRA (solución acuosa)



**Atomización**

ÁTOMOS EN ESTADO GASEOSO

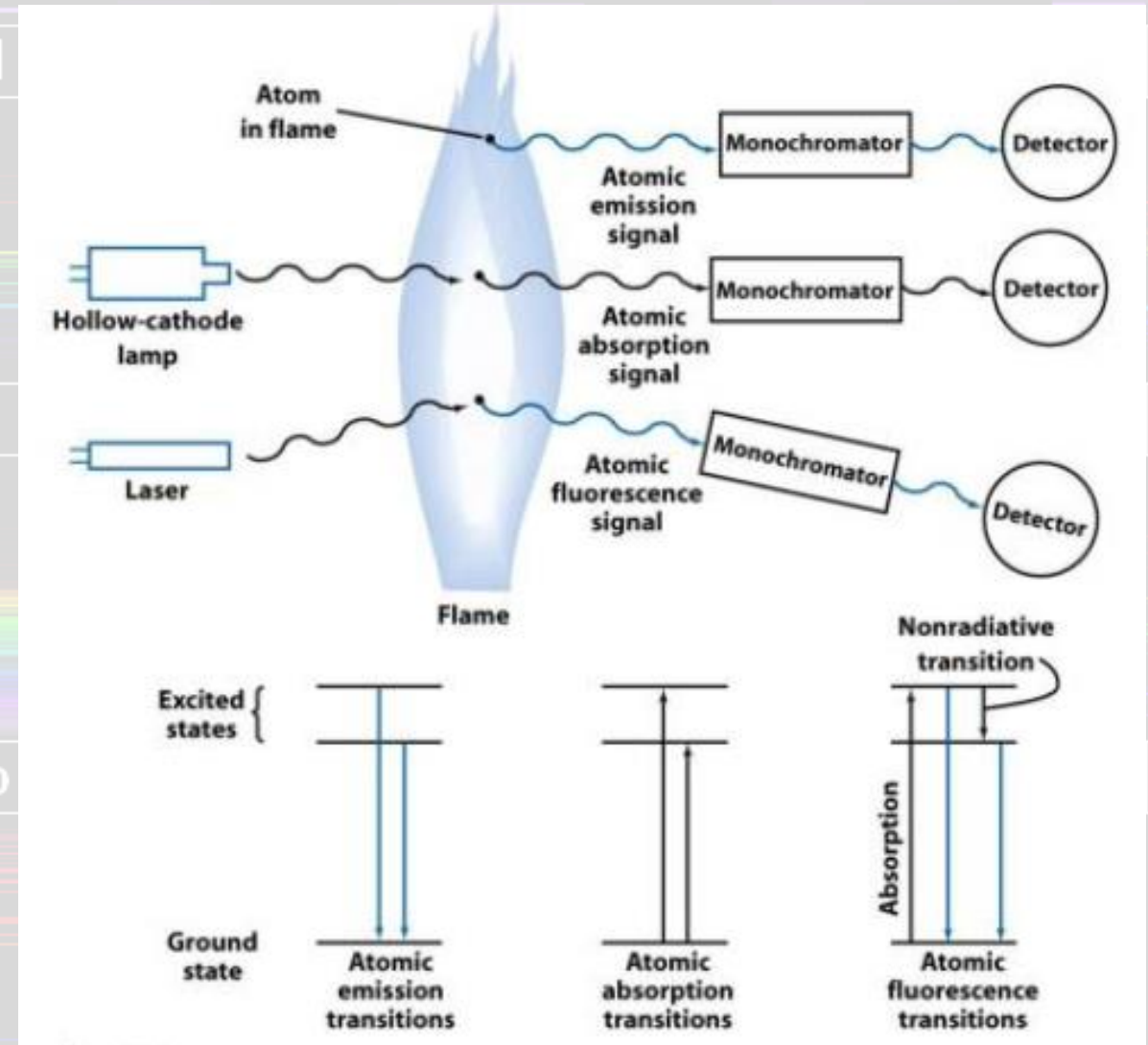


# Clasificación de los métodos de espectroscopia atómica

Los métodos espectroscópicos atómicos se clasifican de acuerdo a:

➤ la forma en la que se atomiza la muestra (llama, electrotérmica, plasma)

➤ el fenómeno físico en el cual se basan (absorción, emisión o fluorescencia)



### Clasificación de los métodos de espectroscopia atómica

<b>Método de atomización</b>	<b>Temperatura típica de atomización, °C</b>	<b>Base del método</b>	<b>Nombre</b>
<b>Llama</b>	<b>1700-3150</b>	<b>Absorción</b>	<b>Espectroscopía de absorción atómica</b>
		<b>Emisión</b>	<b>Espectroscopía de emisión atómica</b>
		<b>Fluorescencia</b>	<b>Espectroscopía de fluorescencia atómica</b>
<b>Electrotérmico</b>	<b>1200-3000</b>	<b>Absorción</b>	<b>Espectroscopía de absorción atómica electrotérmica</b>
		<b>Fluorescencia</b>	<b>Espectroscopía de fluorescencia atómica electrotérmica</b>
<b>Plasma de argón acoplado por inducción</b>	<b>6000-8000</b>	<b>Emisión</b>	<b>Espectroscopía de plasma acoplado por inducción, ICP</b>
		<b>Fluorescencia</b>	<b>Espectroscopía de fluorescencia de plasma acoplado por inducción</b>

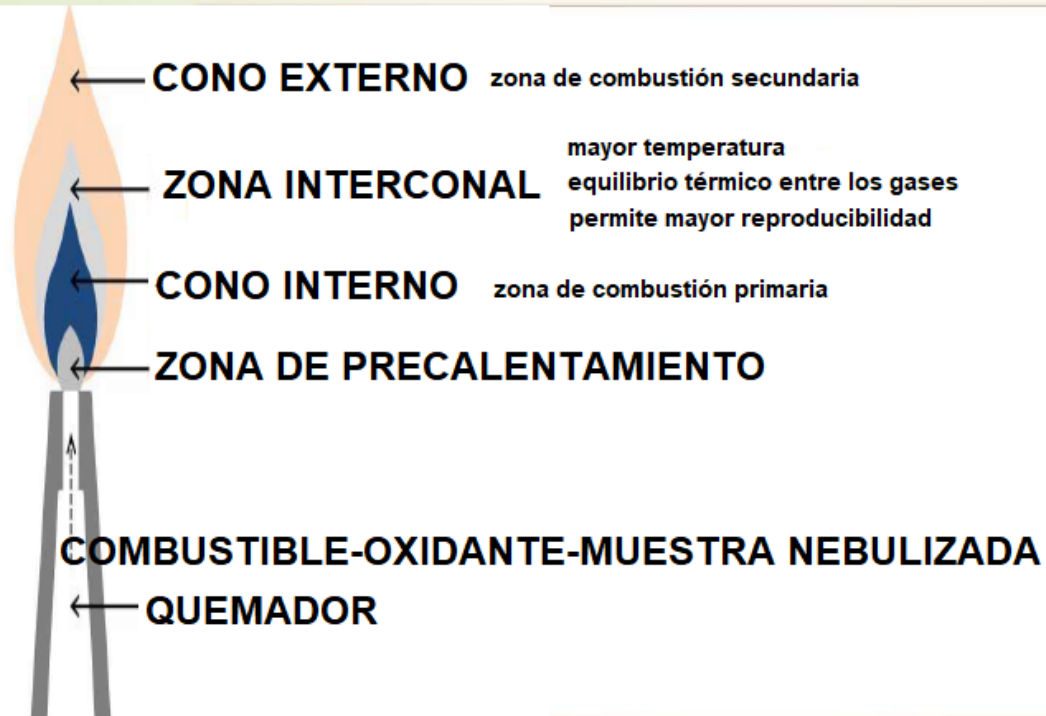
## Atomización por llama: etapas

En la atomización por llama, la solución acuosa de la muestra se dispersa (nebuliza) como una fina nube, y luego se mezcla con el combustible gaseoso y el oxidante para arrastrarla al mechero. El solvente se evapora en la parte inferior de la llama. Las partículas sólidas finamente divididas que resultan son arrastradas a la región central de la llama, su parte más caliente, en donde se forman finalmente átomos gaseosos.

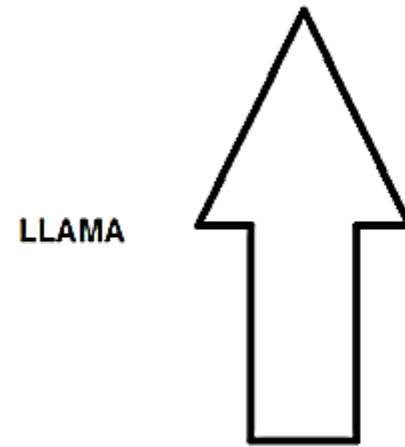


# Atomización por llama: etapas

## ESTRUCTURA DE LA LLAMA



ÁTOMOS EN ESTADO GASEOSO



**M<sup>o</sup> (vapor)**

↑ **disociación**

**MX (vapor)**

↑ **fusión y vaporización**

**MX (sólido)**

↑ **evaporación del solvente**

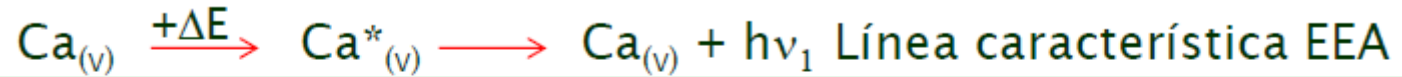
**MX (nebulizado)**

↑ **nebulización**

**MX (solución)**

# Atomización por llama: procesos que compiten con la emisión o absorción

**EMISIÓN**



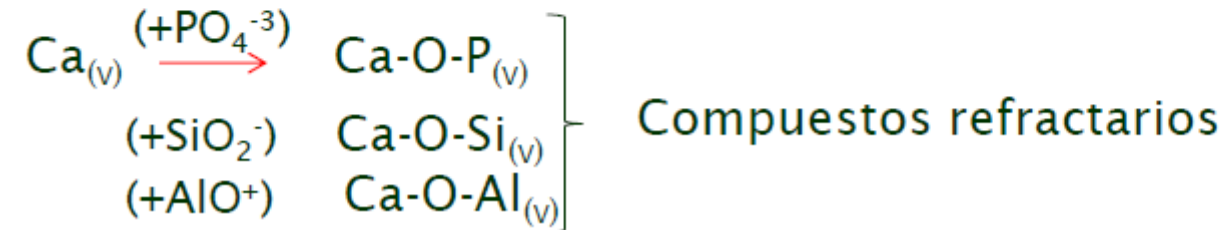
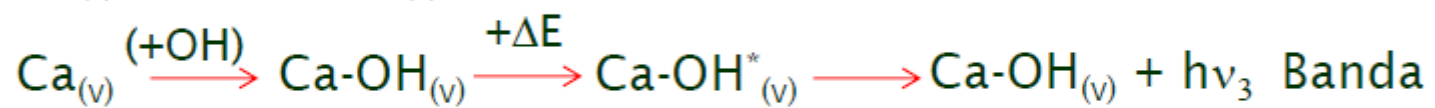
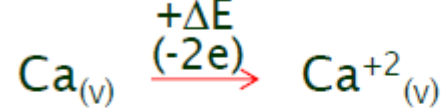
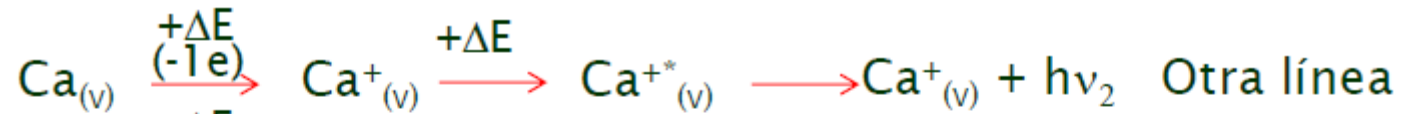
**ABSORCIÓN**



**Ca (v)**



**COMPITEN**



**Ionización**

**Compuestos de asociación molecular**

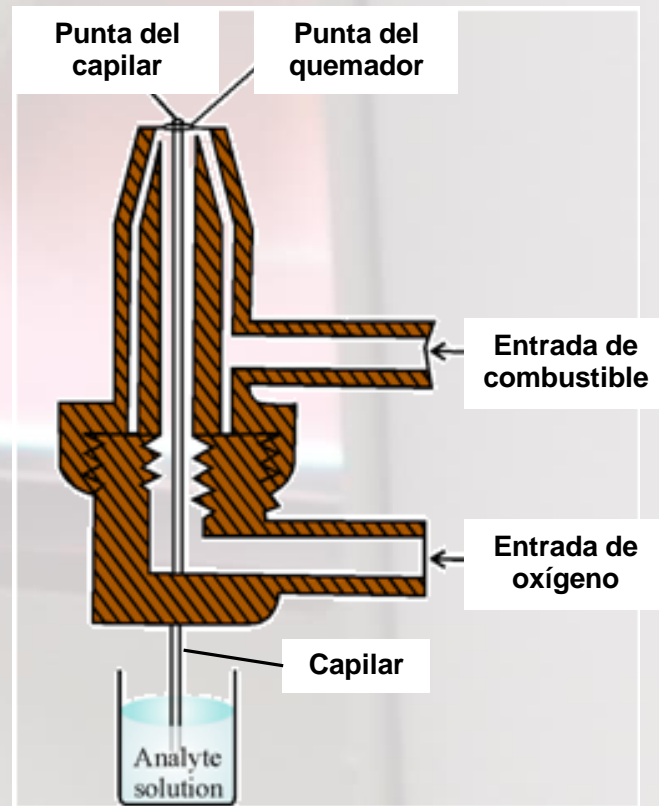
**Compuestos refractarios**



## Tipos de mecheros

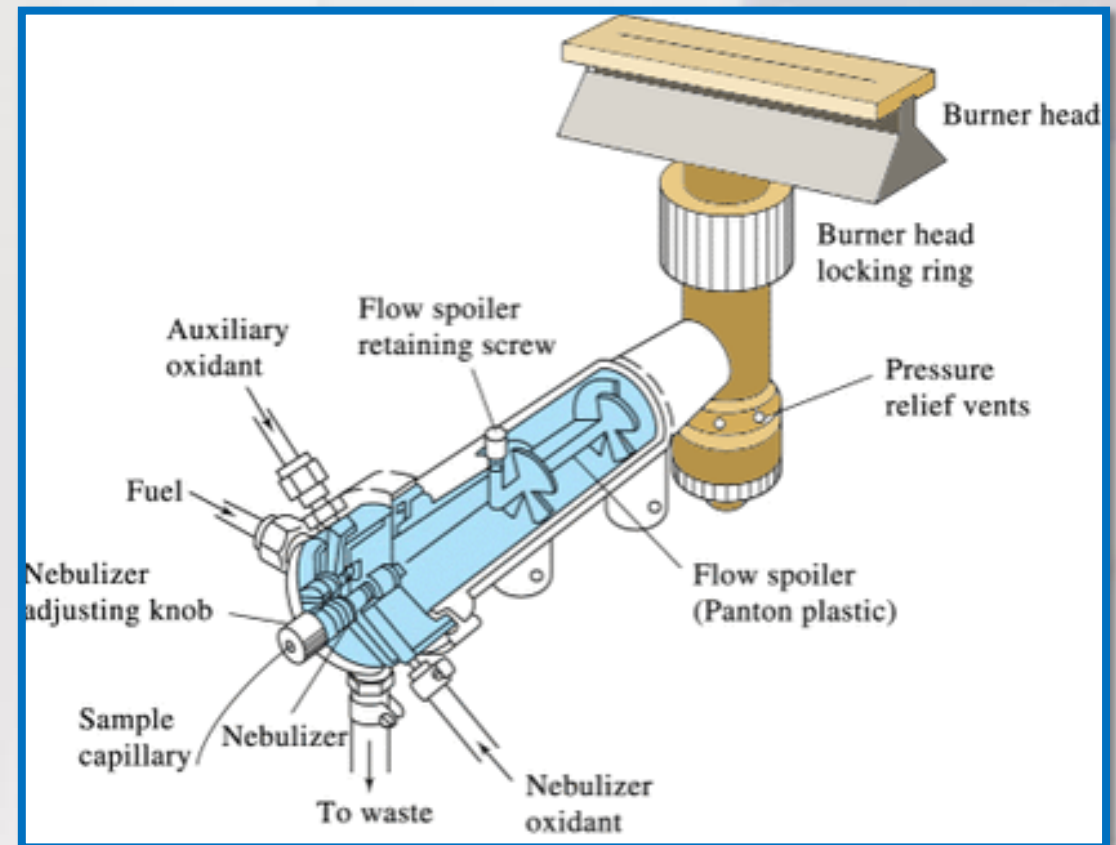
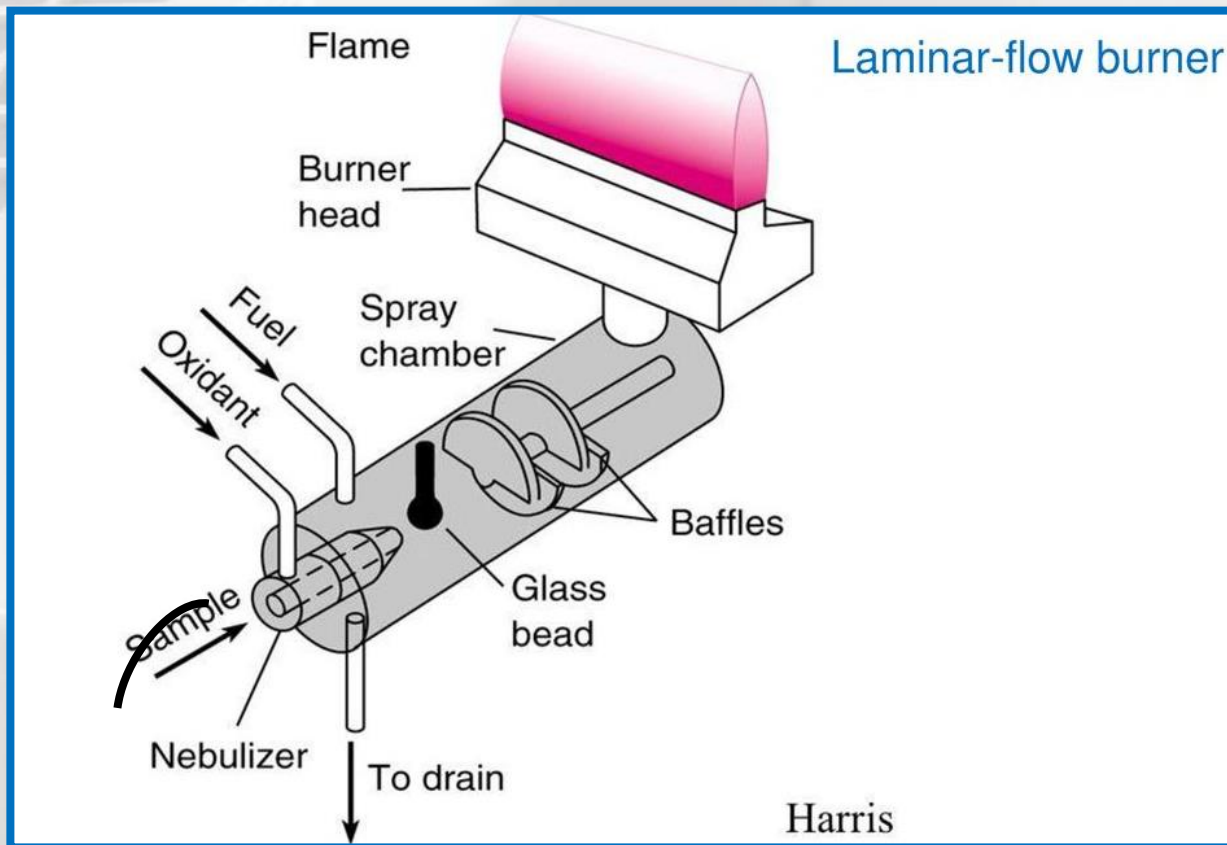
**Mechero de flujo turbulento o de consumo total**

Nebulizador y mechero combinados en una unidad integral



# Tipos de mecheros

## Mechero de flujo laminar o con cámara de premezclado



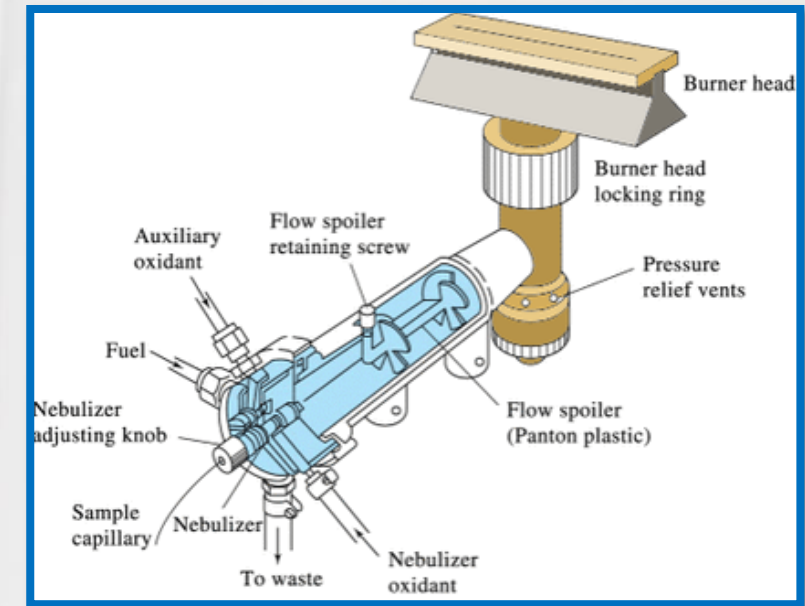
Daniel C. Harris, Quantitative Chemical Analysis. Seventh Edition. Fig. 21.5, pág. 457 Copyright © 2007 by W. H. Freeman and Company.

Courtesy of Perkin-Elmer Corporation, Norwalk, CT.

## Tipos de mecheros

### Mechero de flujo laminar o con cámara de premezclado

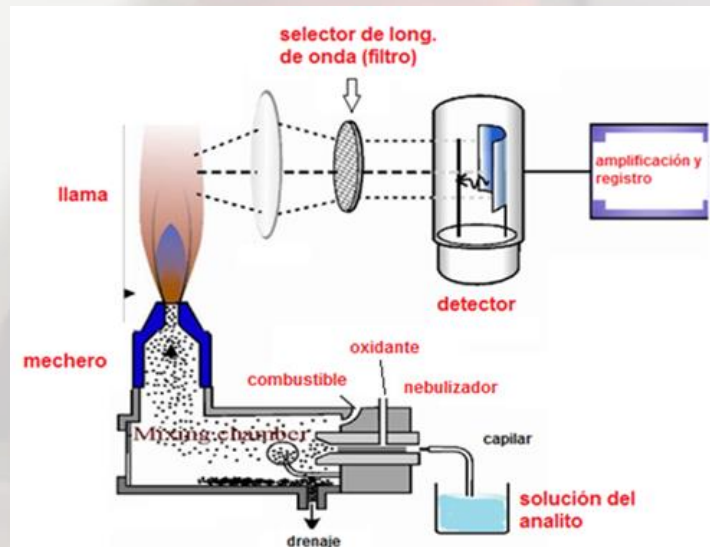
La muestra se aspira a través de un capilar por efecto Venturi y se produce la nebulización en la cámara de premezclado (mixing chamber). Una corriente del gas oxidante succiona la solución, formándose filamentos. La misma corriente hace que el filamento se rompa, formándose gotas cada vez más pequeñas. Este aerosol formado por el flujo de oxidante se mezcla con el combustible, y pasa por una serie de deflectores que eliminan todo excepto las gotas más pequeñas. De este modo, la mayor parte de la muestra se junta en el fondo de la cámara de mezcla y drena hacia un recipiente de desechos. Es decir, sólo una pequeña fracción de la muestra va llegar a la llama.



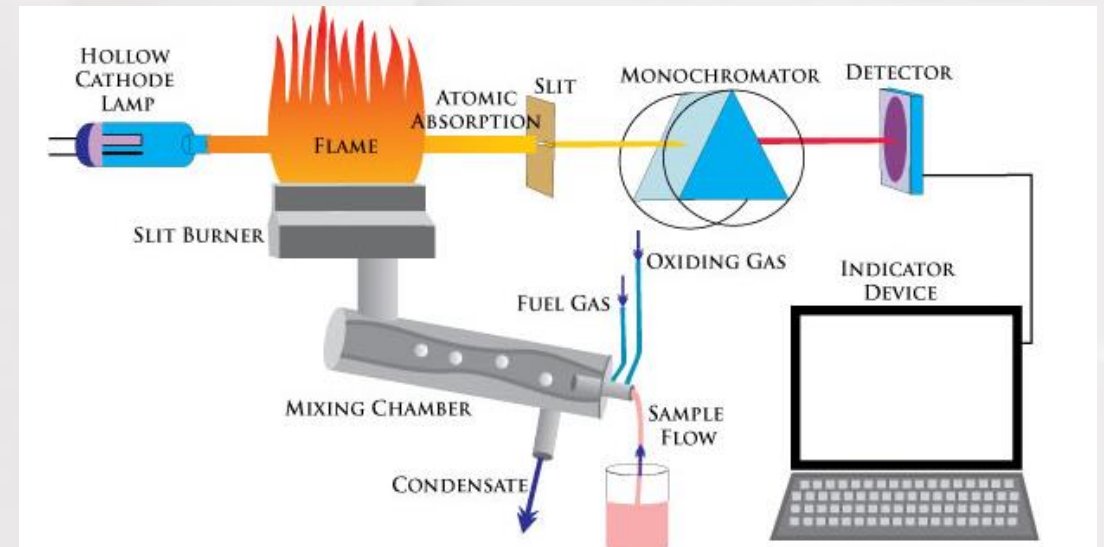
## Tipos de mecheros

### Mechero de flujo laminar o con cámara de premezclado

Se produce una llama más suave y menos ruidosa que en el de flujo turbulento, lo que mejora la reproducibilidad. Es el más utilizado actualmente.



**Fotómetro de llama**

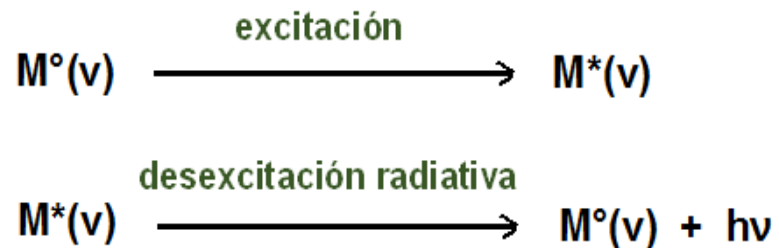


**Equipo de AA basado en atomización por llama**

# Espectroscopia de emisión atómica

En la espectroscopia de emisión atómica los átomos excitados del analito sirven como fuente de radiación (no se requiere ninguna fuente externa de radiación). Los átomos gaseosos son excitados térmicamente en el seno de la llama, y su desexcitación va a producir la emisión de radiación de una  $\lambda$  dada por la diferencia de energía entre los dos estados.

## EMISIÓN ATÓMICA



$$I_e = K \cdot C$$

CaCl<sub>2</sub>

SrCl<sub>2</sub>

BaCl<sub>2</sub>

CuCl<sub>2</sub>

TlCl

LiCl

NaCl

KCl

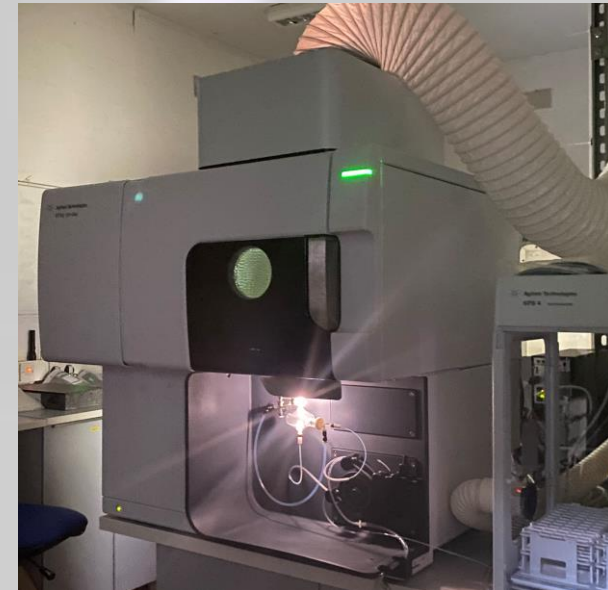
RbCl

CsCl

# Espectroscopia de emisión atómica



Fotometría de llama



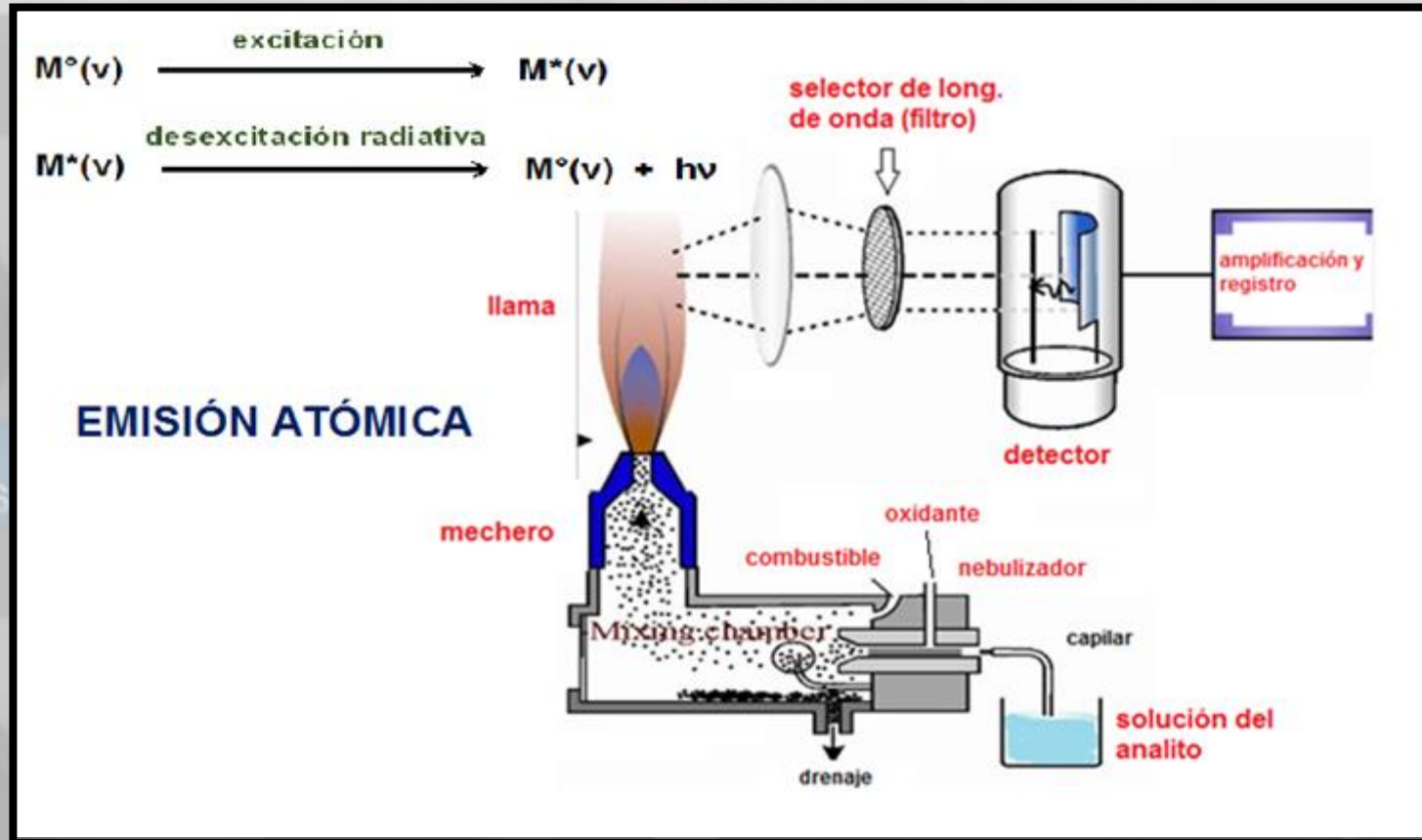
Espectrometría de emisión atómica de plasma  
acoplado inductivamente

Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy  
(ICP-AES)

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry  
(ICP-OES)

## Fotometría de llama

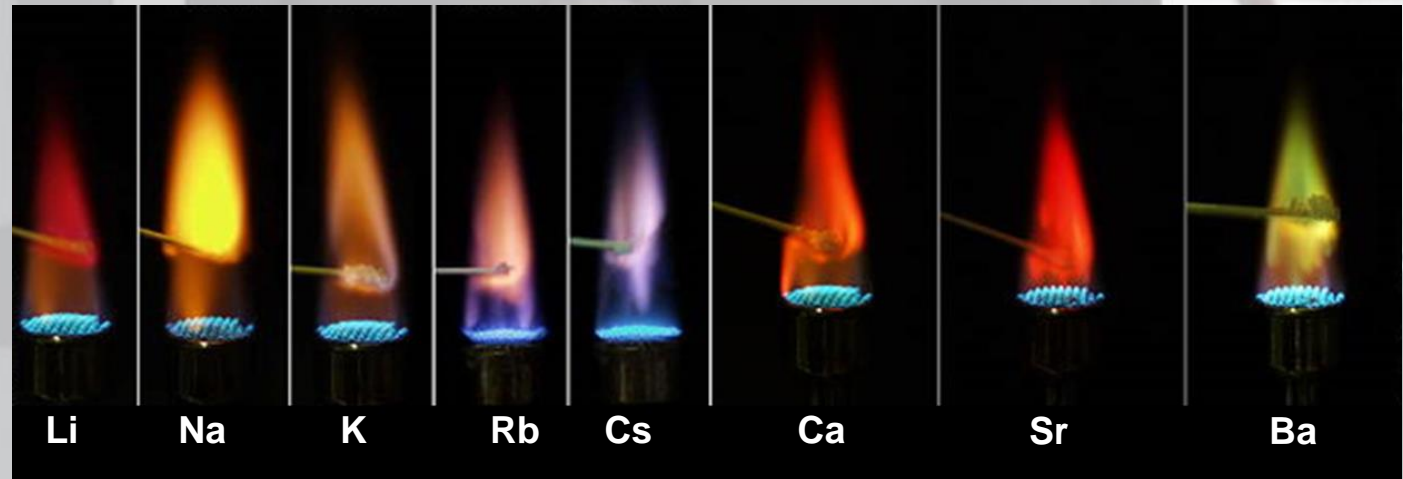
En la siguiente figura se muestran los componentes básicos de un equipo de emisión atómica relativamente económico que emplea filtros como selector de longitudes de onda, y se denomina **fotómetro de llama**:



## Fotometría de llama



El fotómetro de llama utiliza una llama con gas natural como combustible y aire como oxidante. La temperatura provista por esta llama es relativamente baja (1700-1900°C), pero es suficiente para producir el espectro de emisión de los metales alcalinos y alcalino-térreos, de baja energía de excitación.





## Fotometría de llama



Como este tipo de llama puede excitar sólo a unos pocos elementos, los espectros son sencillos y las líneas del analito se pueden aislar fácilmente con filtros relativamente baratos.





## FOTÓMETRO DE LLAMA

- Llama gas natural-aire.
- Temperatura relativamente baja (1700-1900°C)
- Sólo permite emisión de metales alcalinos (Na, K, Li) y alcalino-térreos (Ca, Mg)
- Filtro selector de longitudes de onda
- Sensibilidad ppm
- Relativamente baratos

## Análisis cuantitativo por fotometría de llama

Se basa en la relación entre la intensidad de emisión, expresada en forma relativa como señal o lectura, y la concentración del analito:

$$I_e = K \cdot C$$

En donde K es una función de la concentración. Para concentraciones relativamente pequeñas (de modo que no haya autoabsorción), y en un rango de concentraciones acotado, K puede considerarse una constante, por lo que la representación gráfica de la lectura o señal de emisión vs. concentración será una línea recta.

# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

Fotometro de llama ZF250

En fotometría de llama tenemos 2 tipos de interferencias:

Interferencias espectrales

Interferencias de radiación (físicas o químicas)

SODIO / CALCIO

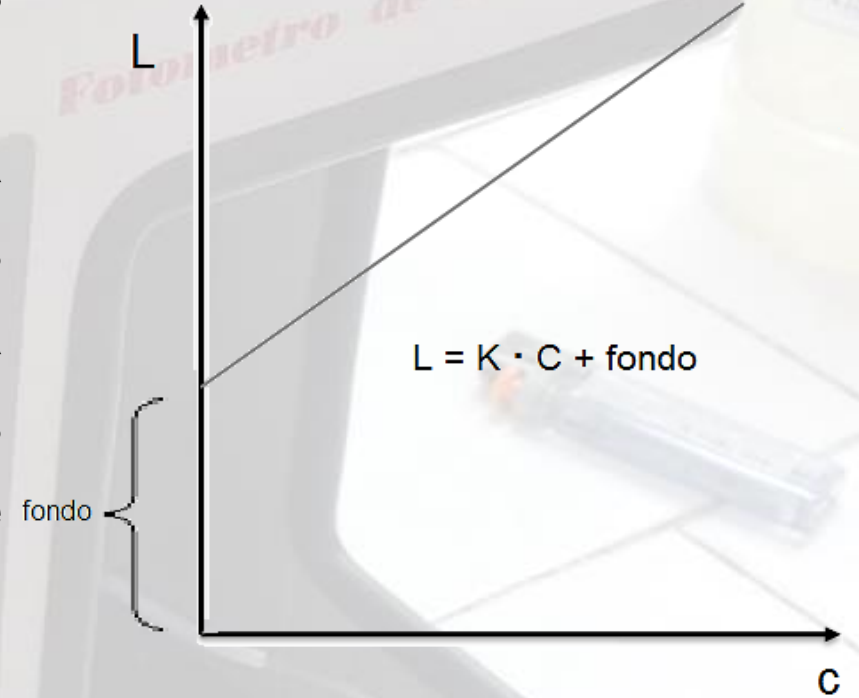
18 ppm

# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

### Interferencias espectrales

Son las que producen radiaciones propias que se suman a las del analito. Siempre generan desviaciones positivas en la lectura. Pueden ser emitidas por la llama, el solvente o por la presencia de un concomitante. Pueden ser emisiones de líneas (causadas por átomos) o de bandas (causadas por moléculas). La presencia de interferencias espectrales en las soluciones patrones del analito provocaría el desplazamiento de la recta de calibración por encima del origen. La señal registrada en ausencia de analito se conoce como **radiación de fondo**.



# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

### Interferencias de radiación

Son las que modifican la radiación del analito puro. Pueden actuar exaltándola o deprimiéndola y se dividen en dos clases:

- Físicas o no específicas
- Químicas o específicas

# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

### Interferencias de radiación

#### Físicas o no específicas

Dependen de la naturaleza de los concomitantes y no del analito. Actúan en las etapas de pulverización y evaporación del solvente, causando variaciones en las propiedades físicas de la solución (como densidad, presión de vapor, tensión superficial, viscosidad, etc.) que se traducen en modificaciones de los factores que condicionan estas etapas, como caudal efectivo de alimentación, diámetro de la gota, velocidad de evaporación, etc. Pueden constituir interferencias físicas, por ejemplo, la presencia de solventes orgánicos, soluciones de alta salinidad, de alta viscosidad, etc.

# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

### Interferencias de radiación

#### Químicas o específicas

Dependen no sólo de la matriz, sino también del analito. Los casos más comunes de interferencia de radiación específica pueden ser:

- Exaltación de la señal por disminución del grado de ionización del analito debido a la presencia de otro metal fácilmente ionizable (como la interferencia mutua de los alcalinos)
- Depresión de la señal por formación de compuestos refractarios, como por ejemplo la presencia de  $\text{PO}_4^{3-}$  en la determinación de  $\text{Ca}^{+2}$ .
- Depresión de la señal por disminución del grado de disociación de la sal del analito en un medio de alta concentración de anión común.

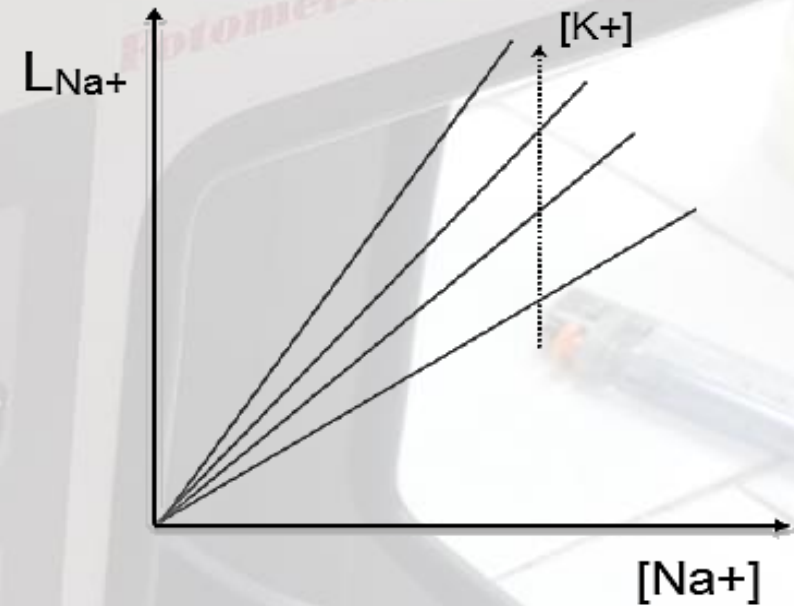


# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## INTERFERENCIAS

### Interferencias de radiación

Las interferencias de radiación modifican la pendiente de la curva de calibración, es decir actúan cambiando el valor de K. Por ejemplo, si se grafican curvas de calibración de sodio en presencia de diferentes cantidades de potasio, se obtiene la familia de rectas que se muestra en la siguiente figura:



## Análisis cuantitativo por fotometría de llama

- 1) Método de la curva de calibración o estándar externo
- 2) Método del sobreagregado o adición de estándar
- 3) Método del estándar interno

Fotometro de llama ZF250

SODIO / CALCIO

48 ppm

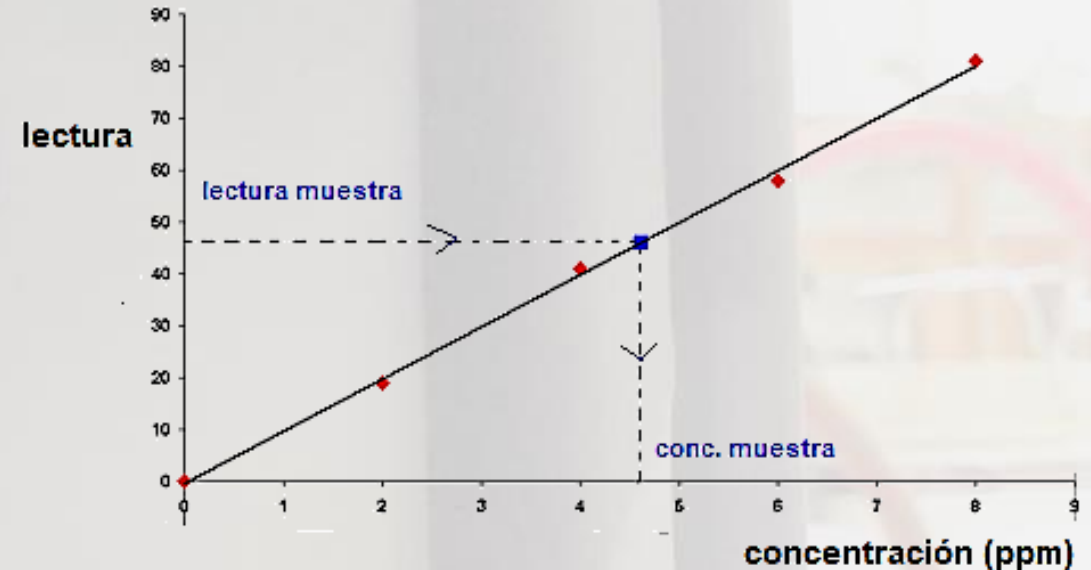
# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## 1) Método de la curva de calibración o estándar externo

Se registran las lecturas de una serie de soluciones patrón del analito. Se grafica la lectura en función de la concentración de analito. Por lo general se trabaja en un cierto rango de concentraciones en donde se obtiene una línea recta, pero pueden obtenerse curvas que se apartan de un comportamiento lineal.

Luego se registra la lectura de la muestra, se ingresa a la curva y se determina su concentración.

Se aplica a matrices sencillas. Para matrices complejas que interfieren con la intensidad de emisión del analito se debe aplicar el método del sobreagregado.



## **Análisis cuantitativo por fotometría de llama**

### **2) Método del sobreagregado o adición de estándar**

El método de sobreagregado es útil para detectar y a la vez corregir el efecto de las interferencias de radiación en el caso de matrices complejas. Sus distintas variantes se pueden apreciar en los primeros 4 problemas del Seminario 8:

## Análisis cuantitativo por fotometría de llama

### 2) Método del sobreagregado o adición de estándar

- Cálculo de la concentración de una muestra midiendo la lectura de esa muestra y de la muestra con sobreagregado (Problema 1)

$$L_x = K \cdot C_x$$

$$L_{x+ST} = K \cdot (C_x + C_{ST})$$

# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## 2) Método del sobreagregado o adición de estándar

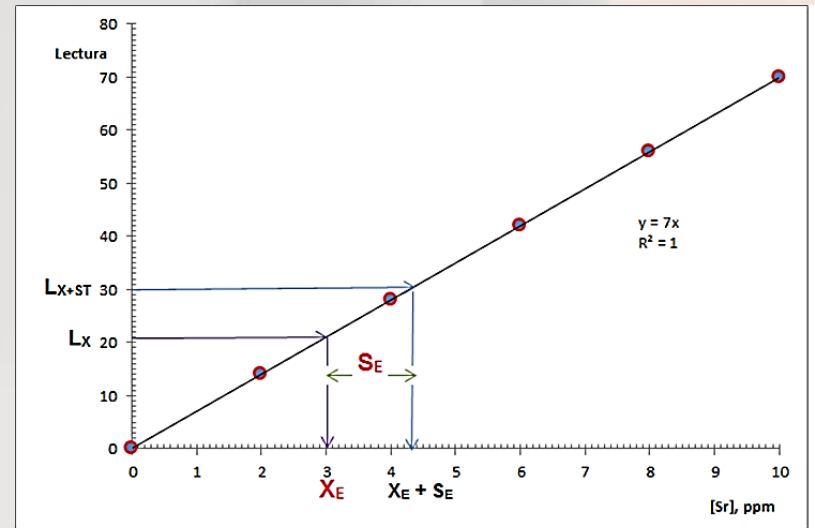
- Cálculo de la concentración de una muestra y determinación del tipo de desviación presente realizando una curva de calibración y luego tomando la lectura de la muestra y de la muestra con sobreagregado (Problemas 2 y 4)

$$X_V = X_E \cdot \frac{S_V}{S_E}$$

Si  $S_V = S_E$  no existe interferencia

Si  $S_V > S_E$  existe interferencia que deprime la señal

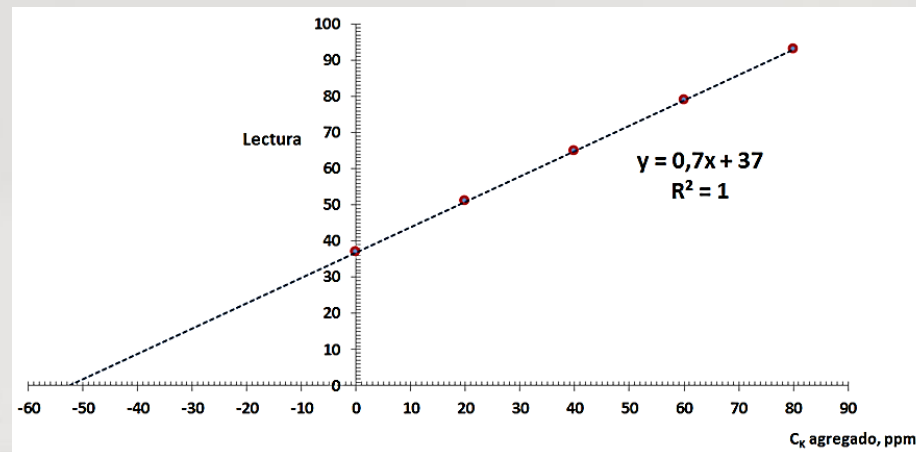
Si  $S_V < S_E$  existe interferencia que exalta la señal



# Análisis cuantitativo por fotometría de llama

## 2) Método del sobreagregado o adición de estándar

- Método de las adiciones sucesivas. En este método se le adiciona a la muestra cantidades crecientes y conocidas del analito. Se grafica las lecturas obtenidas en función de las concentraciones agregadas. Por extrapolación a lectura cero puede determinarse la concentración de la muestra. Aplicando este método se obtiene una curva de calibración trazada en condiciones de la propia matriz de la muestra (Problema 3)



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método de la curva de calibración

Las curvas de calibración se construyen preparando una serie de soluciones patrón con diferentes concentraciones de analito.

En este caso se prepara una serie de soluciones patrón de concentración creciente de potasio (4,8; 9,6; 12; 18; 24 ppm) a partir de una solución madre de potasio 120 ppm.





## Método de la curva de calibración

Con agua destilada (o mejor aún con agua ultrapura Milli-Q) se ajusta el cero de la escala, y con el patrón más concentrado (24 ppm) se lleva la lectura a 100. Conservaremos este ajuste para todas las determinaciones que involucren  $K^+$ .



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método de la curva de calibración

Luego se registran las lecturas de los patrones restantes y se grafican en función de la concentración de analito. Por lo general se trabaja en un cierto rango de concentraciones en donde se obtiene una línea recta, pero pueden obtenerse curvas que se apartan de un comportamiento lineal. En este caso los datos se ajustan bien a una recta, la cual forzamos a pasar por el origen.

Se realiza una dilución 1/10 de la bebida deportiva (por ejemplo, se toman 10 ml de bebida con pipeta de doble aforo, se colocan en un matraz de 100 ml y se enrasa el mismo con agua destilada).

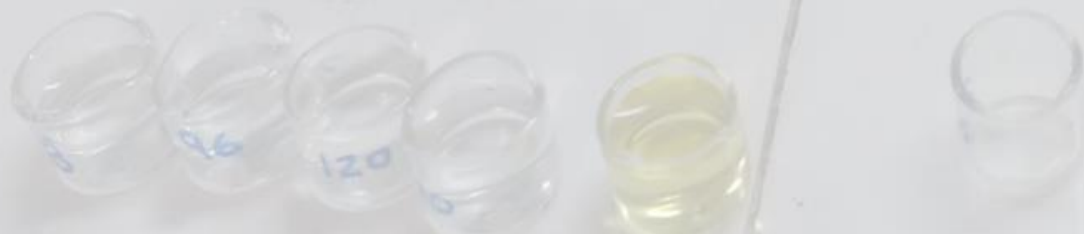
Se mide la señal de la bebida diluida.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método de la curva de calibración

K+, ppm	Lectura
0	0
4,8	
9,6	
12	
18	
24	100
Bebida dilución 1/10	

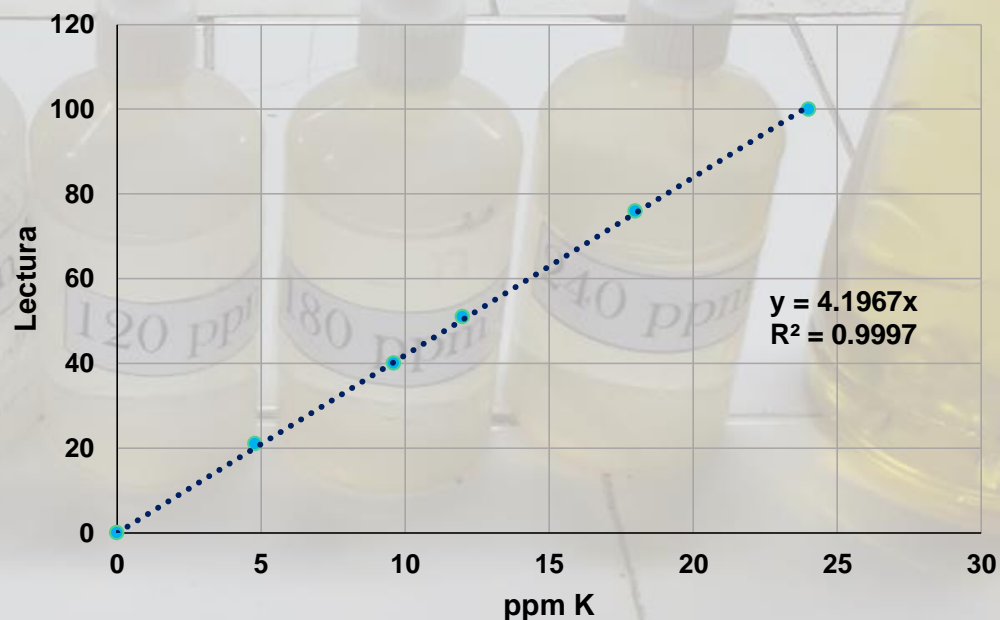


## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método de la curva de calibración

K+, ppm	Lectura
0	0
4,8	21
9,6	40
12	51
18	76
24	100
Bebida dilución 1/10	56



Teniendo en cuenta la curva de calibración y la dilución realizada, se determina la concentración de  $K^+$  en la bebida.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método del sobreagregado: adiciones sucesivas de estándar

En este caso se le adiciona a la muestra cantidades sucesivas conocidas de analito.

Para preparar la curva de sobreagregado se añaden con pipeta de doble aforo 5 ml de bebida (sin diluir) a cinco matraces de 50 ml. A continuación se adicionan con bureta diferentes volúmenes de una solución madre de potasio 120 ppm de manera de obtener concentraciones de sobreagregado 0; 2,4; 4,8; 7,2 y 12 ppm. Llevar a volumen cada matraz con agua destilada (o Milli-Q).

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

Método del sobreagregado: adiciones sucesivas de estándar

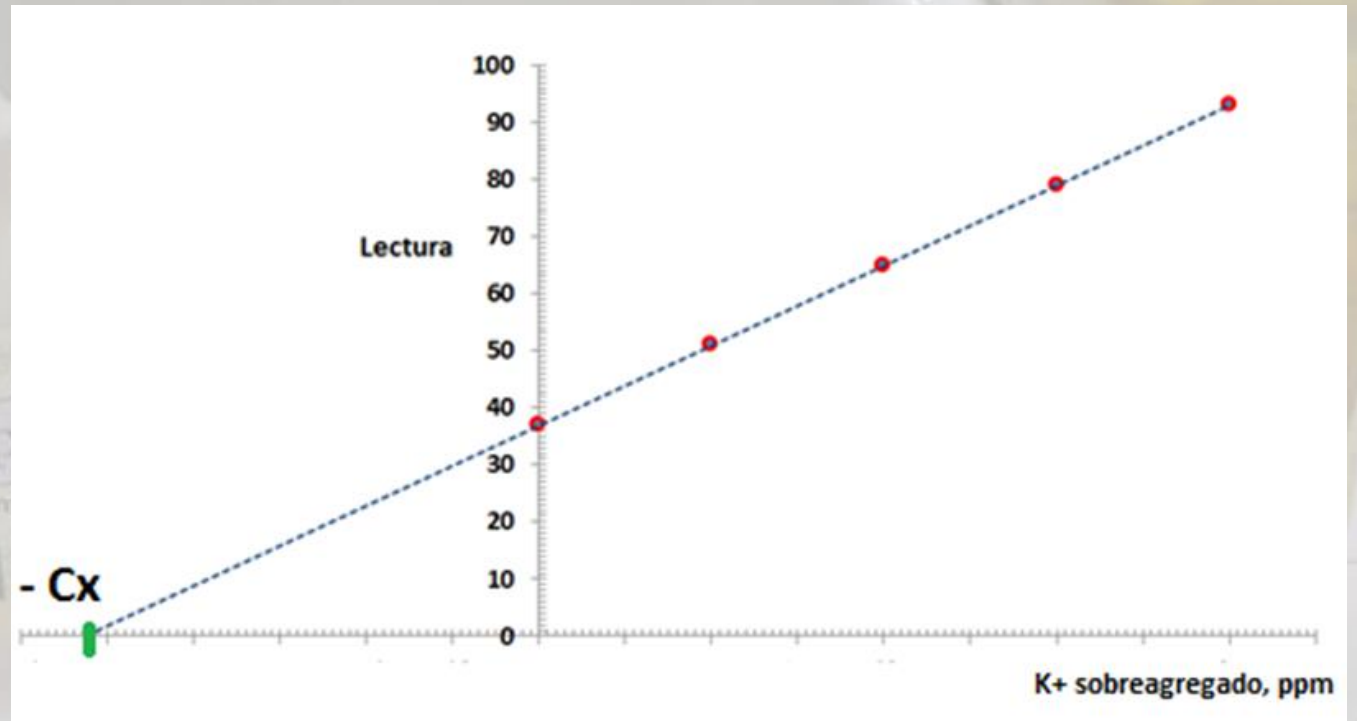
Bebida deportiva (ml)	Volumen K <sup>+</sup> 120 ppm (ml)	K <sup>+</sup> sobreagregado (ppm)	Lectura
5	0	0	
5	1	2,4	
5	2	4,8	
5	3	7,2	
5	5	12	

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método del sobreagregado: adiciones sucesivas de estándar

Se grafican las lecturas obtenidas en función de la concentración de potasio sobreagregado. Por extrapolación a lectura 0 puede determinarse la concentración de  $K^+$  en el matraz que contiene sólo muestra ( $C_x$ ).

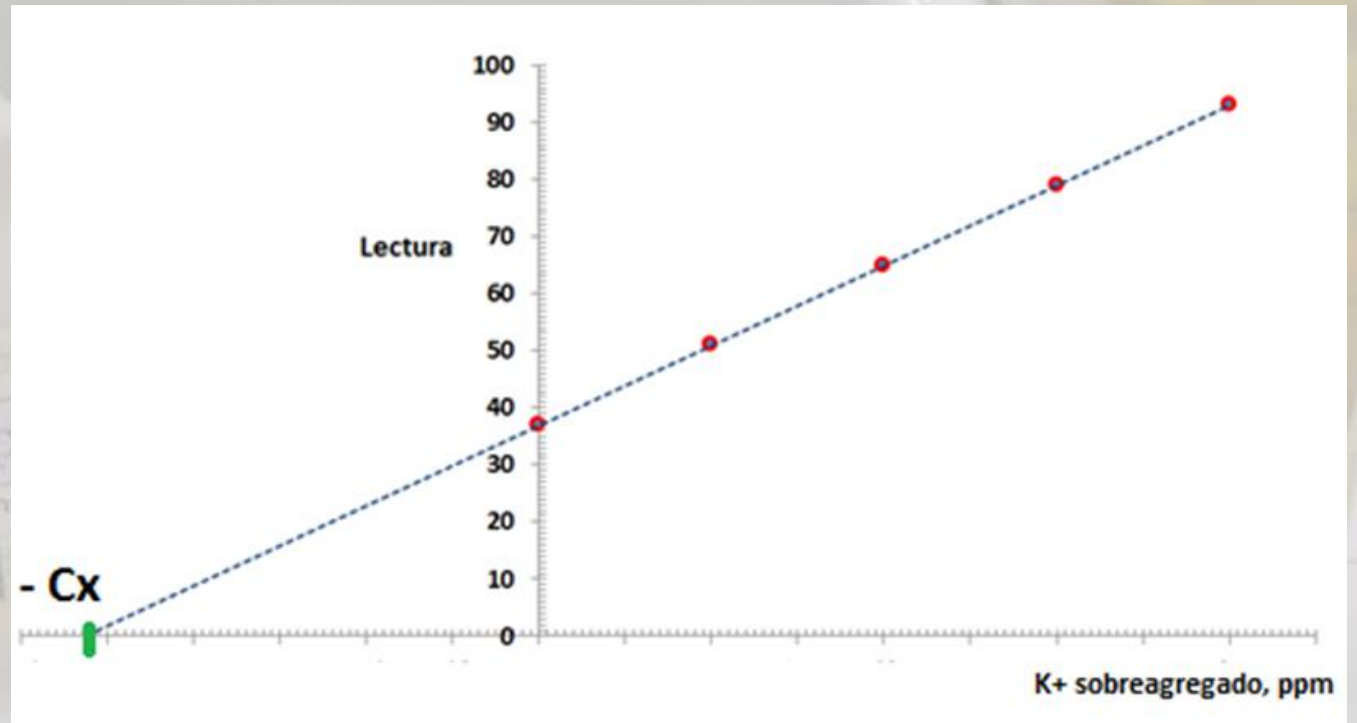


## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

#### Método del sobreagregado: adiciones sucesivas de estándar

Tener en cuenta que este método sólo es aplicable en el caso que la curva resultante sea una recta, ya que es el único tipo de curva extrapolable con precisión.



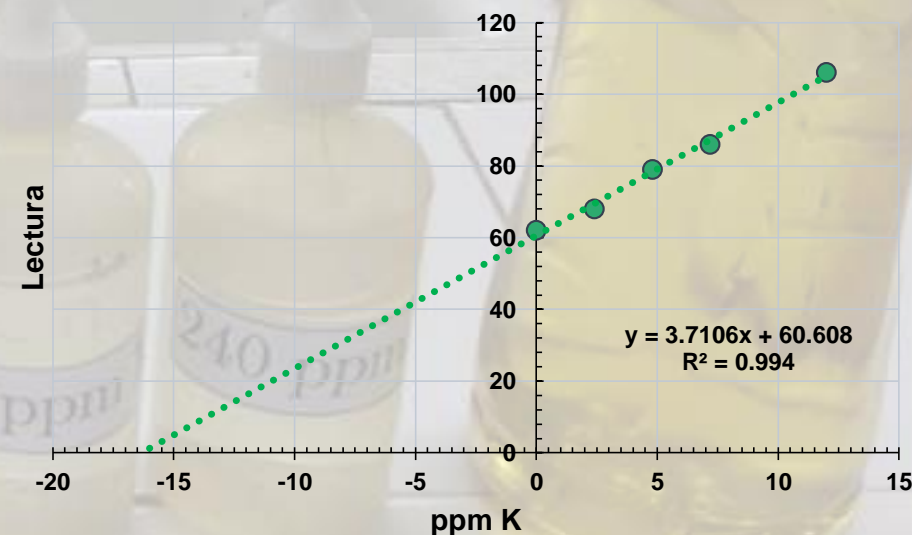


## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 1) Determinación de potasio en bebida deportiva (Powerade o Gatorade)

Método del sobreagregado: adiciones sucesivas de estándar

Bebida deportiva (ml)	Volumen K <sup>+</sup> 120 ppm (ml)	K <sup>+</sup> sobreagregado (ppm)	Lectura
5	0	0	62
5	1	2,4	68
5	2	4,8	79
5	3	7,2	86
5	5	12	106



Para calcular la concentración de K<sup>+</sup> en la bebida tener en cuenta que se agregaron 5 ml de bebida en un matraz de 50 ml, es decir, se realizó una dilución 1/10.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

A fin de determinar el efecto del solvente sobre la señal de emisión de llama, registrar las lecturas de soluciones conteniendo la misma concentración de potasio (4,8 ppm), en diferentes proporciones de etanol:agua.

[K <sup>+</sup> ], ppm	% de etanol	Lectura
4,8	0	
4,8	50	
4,8	75	
4,8	85	

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

A fin de determinar el efecto del solvente sobre la señal de emisión de llama, registrar las lecturas de soluciones conteniendo la misma concentración de potasio (4,8 ppm), en diferentes proporciones de etanol:agua.

<b>[K<sup>+</sup>], ppm</b>	<b>% de etanol</b>	<b>Lectura</b>
<b>4,8</b>	<b>0</b>	<b>21</b>
<b>4,8</b>	<b>50</b>	<b>30</b>
<b>4,8</b>	<b>75</b>	<b>41</b>
<b>4,8</b>	<b>85</b>	<b>55</b>

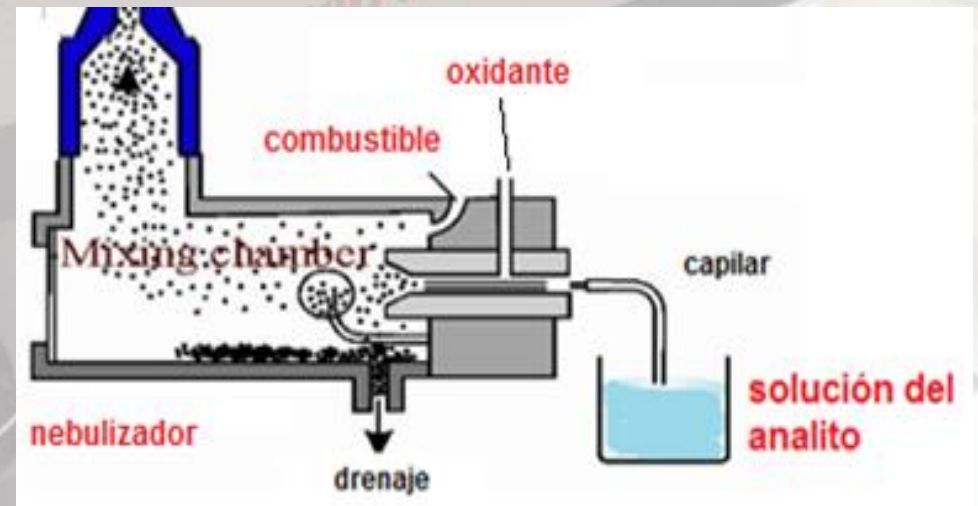
Comprobaremos una exaltación de la señal a medida que aumenta el porcentaje de etanol.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

Para justificar esto debemos recordar cómo se introduce la muestra en el fotómetro de llama.

La muestra se aspira a través de un capilar por efecto Venturi. Una corriente del gas oxidante succiona la solución, formándose filamentos. La misma corriente hace que el filamento se rompa, formándose gotas cada vez más pequeñas. Este aerosol formado por el flujo de oxidante se mezcla con el combustible, y pasa por una serie de deflectores que eliminan todo excepto las gotas más pequeñas. De este modo, la mayor parte de la muestra se junta en el fondo de la cámara de mezcla y drena hacia un recipiente de desechos. Es decir, sólo una pequeña fracción de la muestra va llegar a la llama.



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

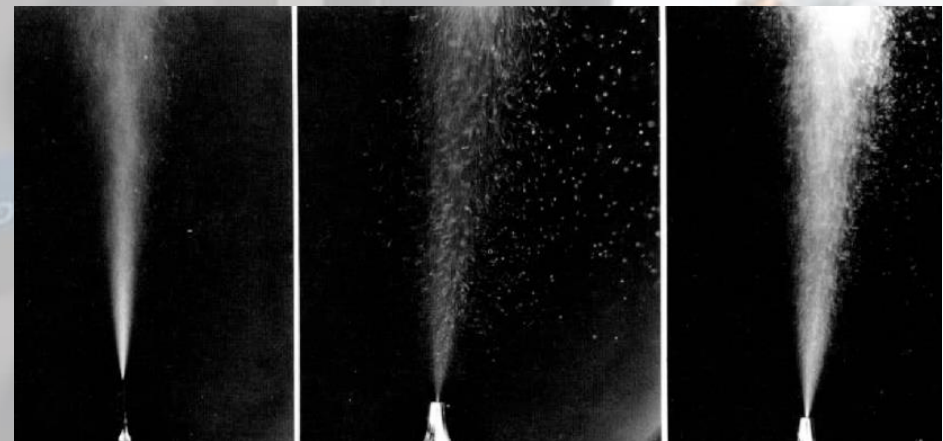
En este caso, el principal factor que contribuye al aumento en la intensidad de emisión es la disminución del diámetro promedio de los gotas de nebulizado.

El diámetro promedio de las gotas de nebulizado depende de los caudales de combustible y oxidante, y de propiedades de la solución tales como tensión superficial, viscosidad y densidad (*ecuación empírica de Nukiyama-Tanasawa*).

#### Nukiyama-Tanasawa equation

$$d_0 = \frac{585}{v_G(\sigma/\rho)^{1/2}} + 597 \left[ \frac{\eta}{(\sigma\rho)^{1/2}} \right]^{0.45} \left( \frac{1000 Q_L}{Q_G} \right)^{3/2}$$

$d_0$  - mean Sauter droplet diameter ( $\mu\text{m}$ ),  $v_G$  - difference between gas and liquid velocity (m/s),  $\rho$  - density of liquid ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $\eta$  - viscosity of liquid (poise),  $\sigma$  - surface tension (dyne/cm),  $Q_L$ ,  $Q_G$  flow rate of liquid and gas ( $\text{cm}^3/\text{s}$ )



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

La tensión superficial es un parámetro muy importante a tener en cuenta. El diámetro promedio de las gotas de nebulizado es aproximadamente proporcional a la raíz cuadrada de la tensión superficial

Por ejemplo, dado que el etanol presenta una menor tensión superficial que el agua (22,3 dyn/cm frente a 72,8 dyn/cm a 20°C), al aspirar por el capilar una solución alcohólica vamos a obtener gotas de nebulizado con un diámetro menor.

Esto resulta en una mayor eficiencia de nebulización: más gotas serán arrastradas a la llama (habrá menos pérdidas) y analizaremos mayor cantidad de analito, aumentando la señal. Por lo tanto, si tenemos como en este caso distintas soluciones de un analito dado en agua-etanol, al aumentar la proporción de etanol va a aumentar la eficiencia de nebulización, y parecerá que la solución está cada vez más concentrada.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 2) Estudio del efecto del solvente

Otros factores que contribuyen al aumento en la intensidad de emisión son:

- Aumenta la velocidad de evaporación del solvente. Con solventes orgánicos, la velocidad de evaporación es más elevada, debido al menor calor de vaporización y a la liberación de calor por la combustión del propio disolvente. Contribuye también el hecho de que las gotas sean más pequeñas.
- La pequeña tensión superficial y viscosidad de muchos disolventes orgánicos aumentan la velocidad de flujo y favorecen la nebulización
- Como se obtienen partículas sólidas más pequeñas luego de la desolvatación, se favorece una vaporización más completa durante el limitado tiempo en la llama

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$

En los **métodos indirectos** se mide la señal de un elemento que no es el analito, pero que está relacionado estequiométricamente con él.

En este caso tenemos un ejemplo de un método indirecto denominado **método por depresión de la señal**.

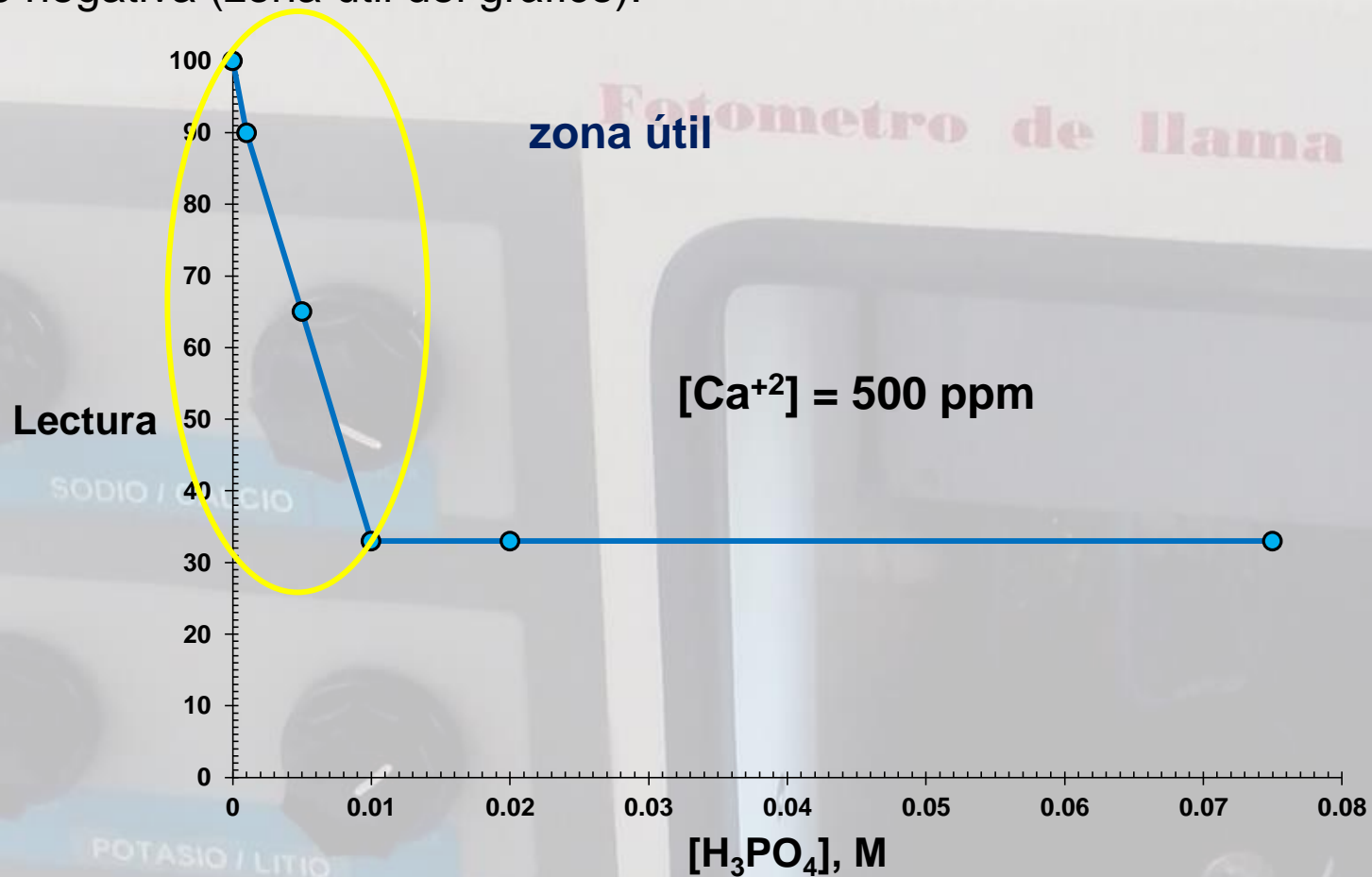
Cuando el  $\text{Ca}^{+2}$  se encuentra acompañado en la muestra por aniones  $\text{PO}_4^{-3}$ , pueden formar uniones estables de tipo Ca-O-P muy difíciles de disociar (compuestos refractarios). Como la formación de compuestos refractarios disminuye la cantidad de átomos gaseosos, disminuye también la intensidad de emisión. Así, el aumento de la concentración de  $\text{PO}_4^{-3}$  en una solución de  $\text{Ca}^{+2}$  provoca una disminución en la señal de emisión de éste.



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

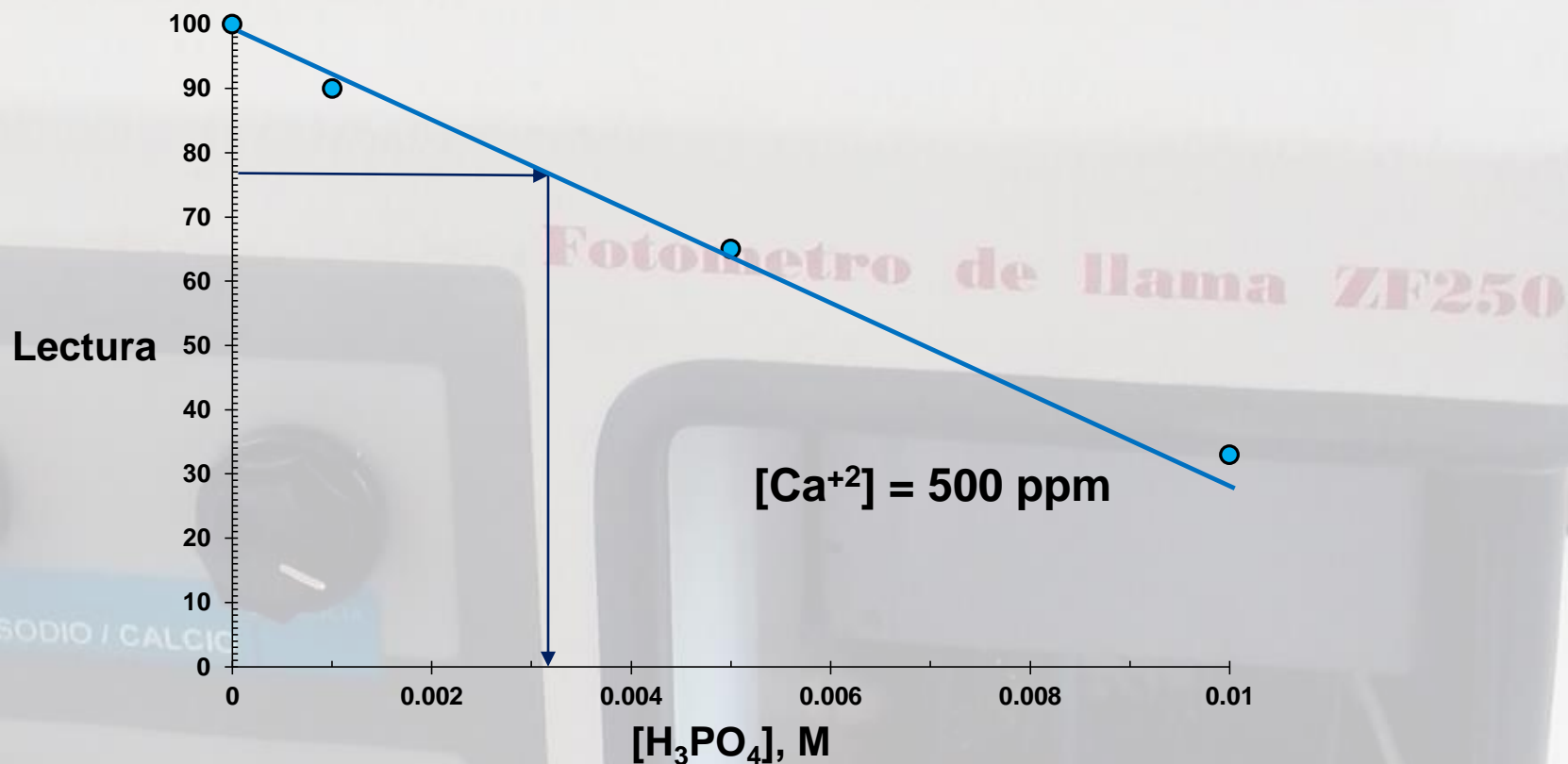
### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$

La gráfica resultante, dentro de un cierto intervalo de concentraciones, es una línea recta con pendiente negativa (zona útil del gráfico).



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$



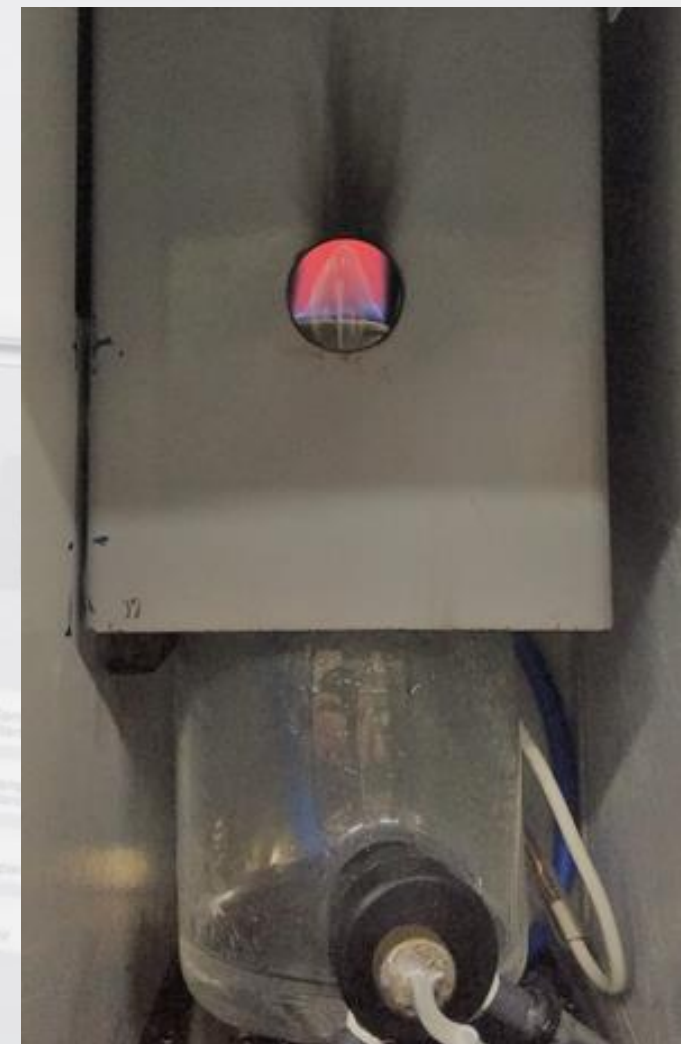
Este fenómeno se aprovecha para la determinación indirecta de fosfato en una muestra problema, midiendo la señal de una cantidad constante de calcio agregada a la muestra y a los patrones de fosfato.

## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$

Para construir un gráfico como el anterior en esta parte del TP medimos la intensidad de emisión de una serie de soluciones que contienen 500 ppm de calcio y concentraciones crecientes de ácido fosfórico. El ajuste de 100 se hace con la solución de calcio sin fosfórico.

$[\text{H}_3\text{PO}_4]$ , M	Lectura
0	
0,001	
0,002	
0,003	
0,004	
0,005	
muestra	



## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$

Para construir un gráfico como el anterior en esta parte del TP medimos la intensidad de emisión de una serie de soluciones que contienen 500 ppm de calcio y concentraciones crecientes de ácido fosfórico. El ajuste de 100 se hace con la solución de calcio sin fosfórico.

$[\text{H}_3\text{PO}_4]$ , M	Lectura
0	100
0,001	69
0,002	50
0,003	12
0,004	6
0,005	6
muestra	

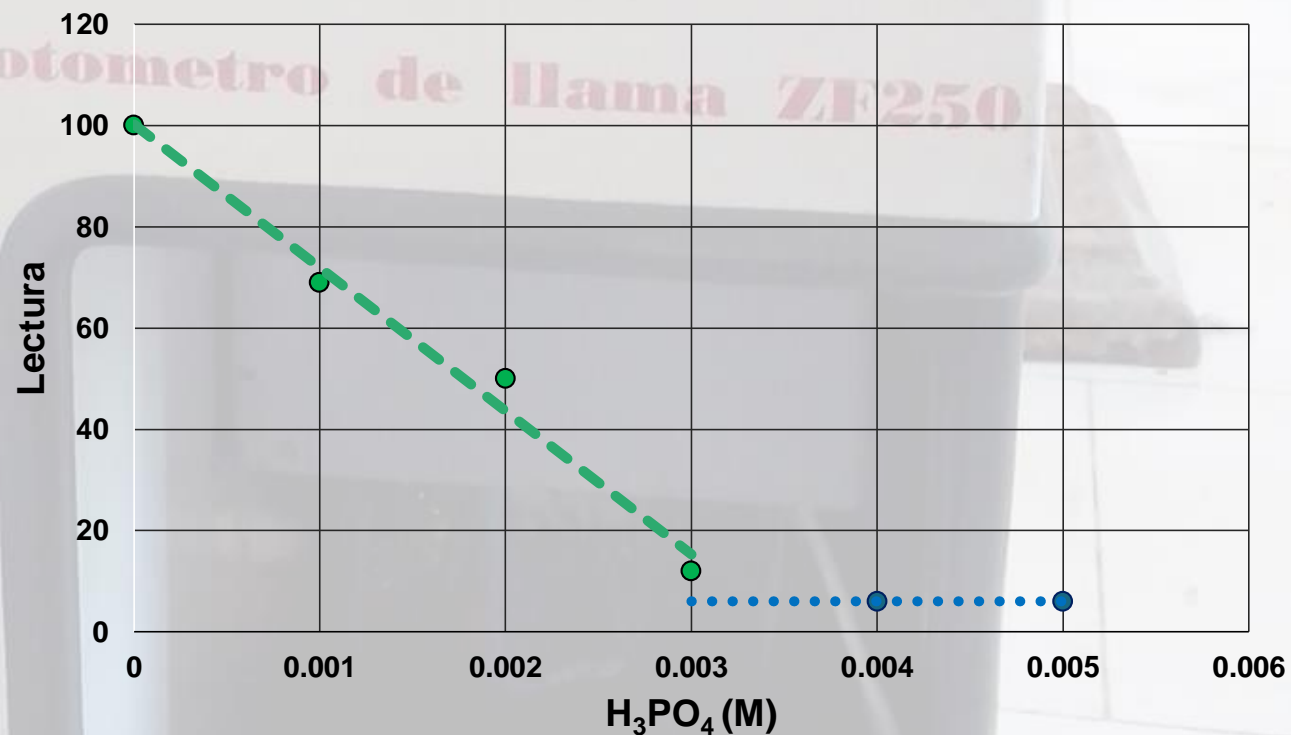


## TP N° 8 PARTE 1: FOTOMETRÍA DE LLAMA

### 3) Determinación indirecta de $\text{H}_3\text{PO}_4$

Luego tomamos la lectura de una muestra problema que se halla dentro de la zona útil del gráfico, de manera tal que vamos a poder determinar la concentración de fosfato en la misma.

$[\text{H}_3\text{PO}_4]$ , M	Lectura
0	100
0,001	69
0,002	50
0,003	12
0,004	6
0,005	6
muestra	46



# Espectroscopia de emisión atómica

## Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

- Equipo costoso y muy complejo
- Amplio campo de aplicación (la mayoría de los elementos)
- Sensibilidad típica ppb

1	1																		2
1	H																		He
2	Li	Be																	
3	Na	Mg																	
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
6	Cs	Ba	*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
7	Fr	Ra	**	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uut	Fl	Uup	Lv	Uus	Uuo	
6	*	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
7	**	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr			

Below 1 ppb    1 to 10 ppb    10 to 100 ppb    100 ppb and above

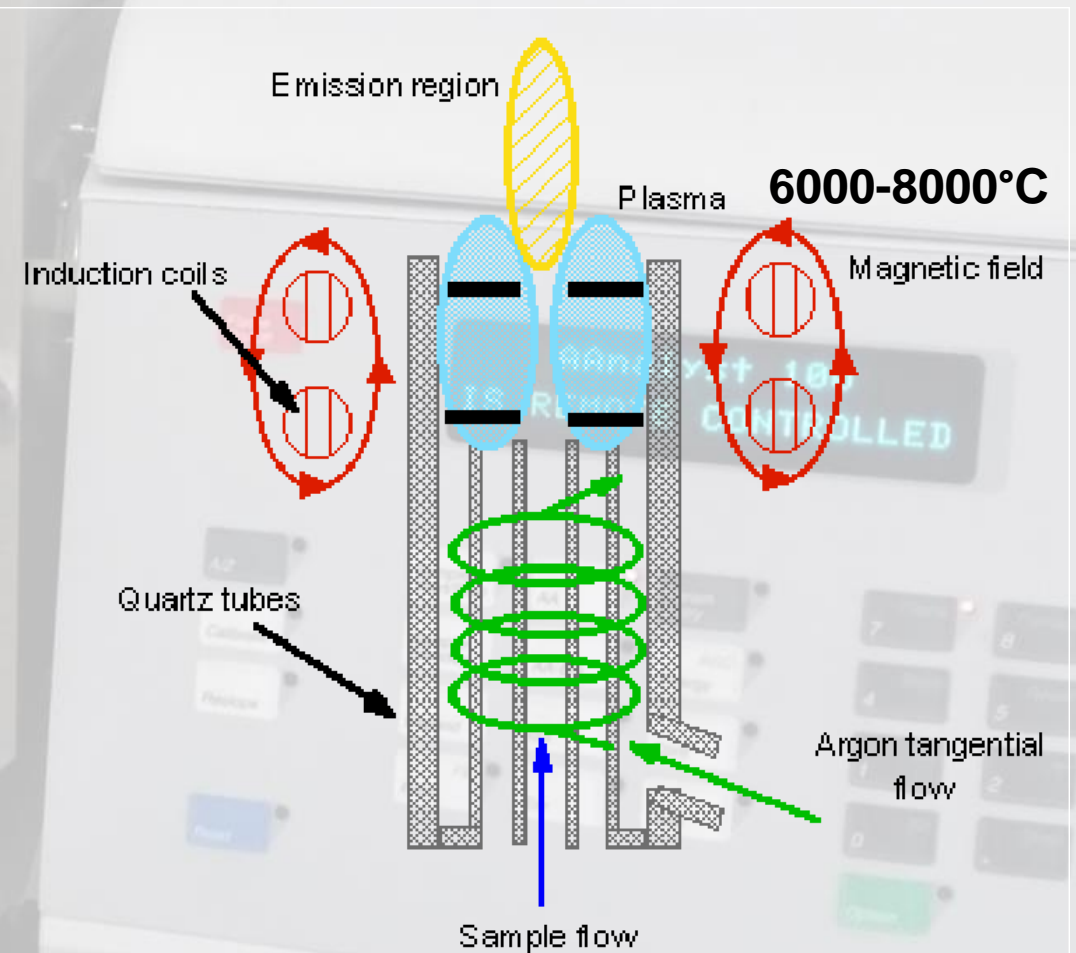


# Espectroscopia de emisión atómica

## Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

El plasma se produce con argón y un generador de radiofrecuencia

En la antorcha (6000-8000°C) se produce la atomización

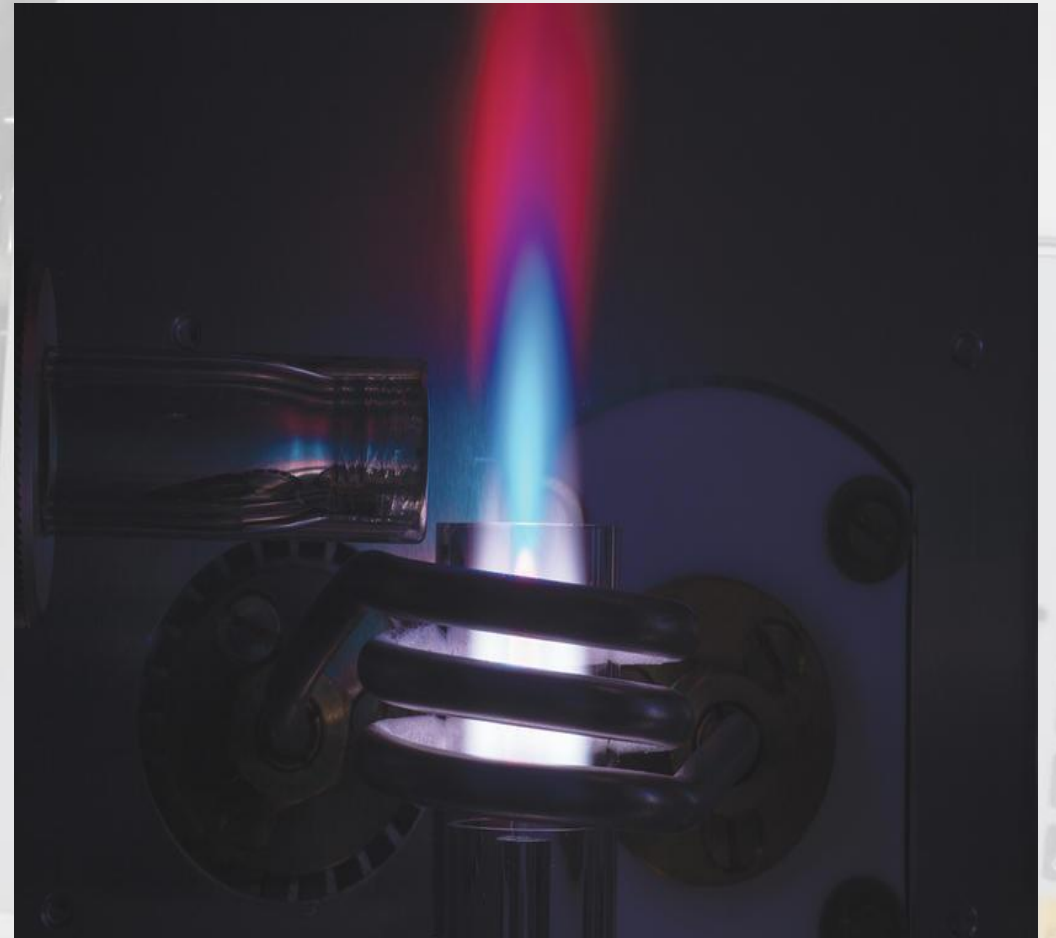


# Espectroscopia de emisión atómica

## Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES)

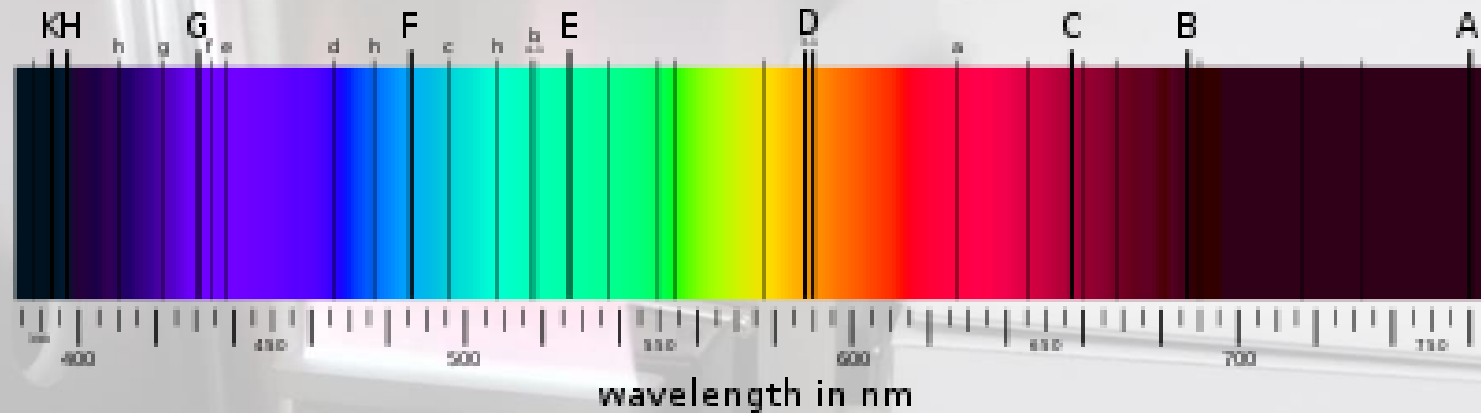
La eficiencia de atomización es muy alta y la sensibilidad aumenta

Logra la detección simultánea de hasta 70 elementos  
(Se requiere de un software especial para el análisis de los espectros)





# Espectroscopia de absorción atómica

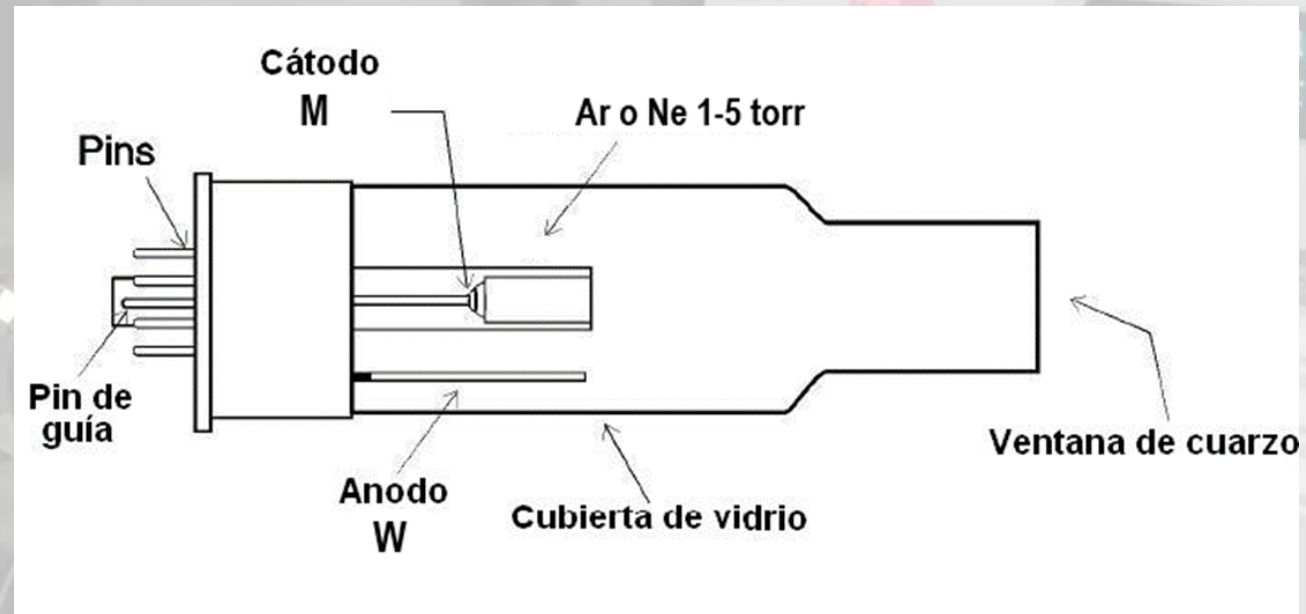


- Las líneas de absorción atómica son considerablemente estrechas (del orden de 0,01 nm), y son específicas de cada elemento
- A diferencia de lo que ocurre con los equipos de absorción molecular, la mayoría de los instrumentos para espectroscopia de absorción atómica disponibles en el mercado están basados en el uso de fuentes de líneas o rayas, de la misma  $\lambda$  que el pico de absorción del analito. Esto la limita a ser una técnica monoelemental, al requerir una fuente de radiación distinta para cada elemento que se precise determinar.

# Espectroscopia de absorción atómica

## Lámpara de cátodo hueco

Dentro de las fuentes de líneas, la más comúnmente utilizada es la **lámpara de cátodo hueco**. Consta de un ánodo de wolframio y un cátodo cilíndrico, soldados en un tubo de vidrio que contiene un gas inerte como argón o neón, a una presión de 1 a 5 torr. El cátodo se fabrica o con el mismo metal del analito o con un soporte recubierto de ese metal.

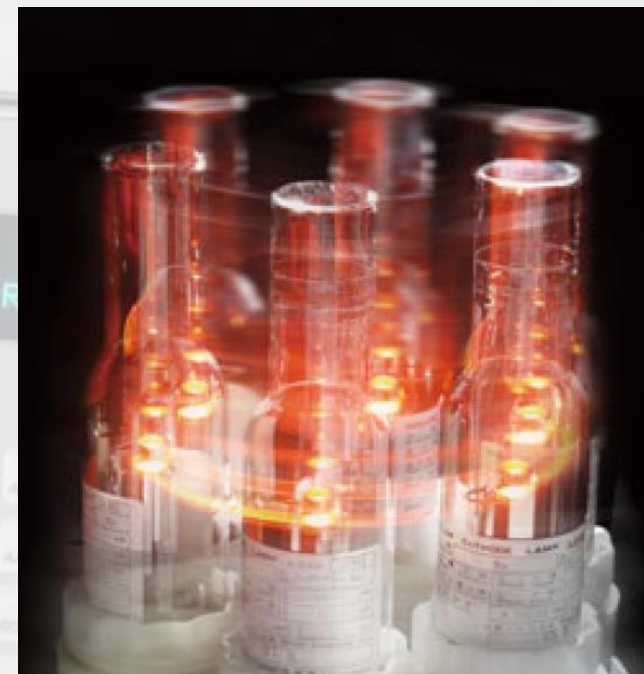


# Espectroscopia de absorción atómica

Lámpara de cátodo hueco



lámparas Shimadzu

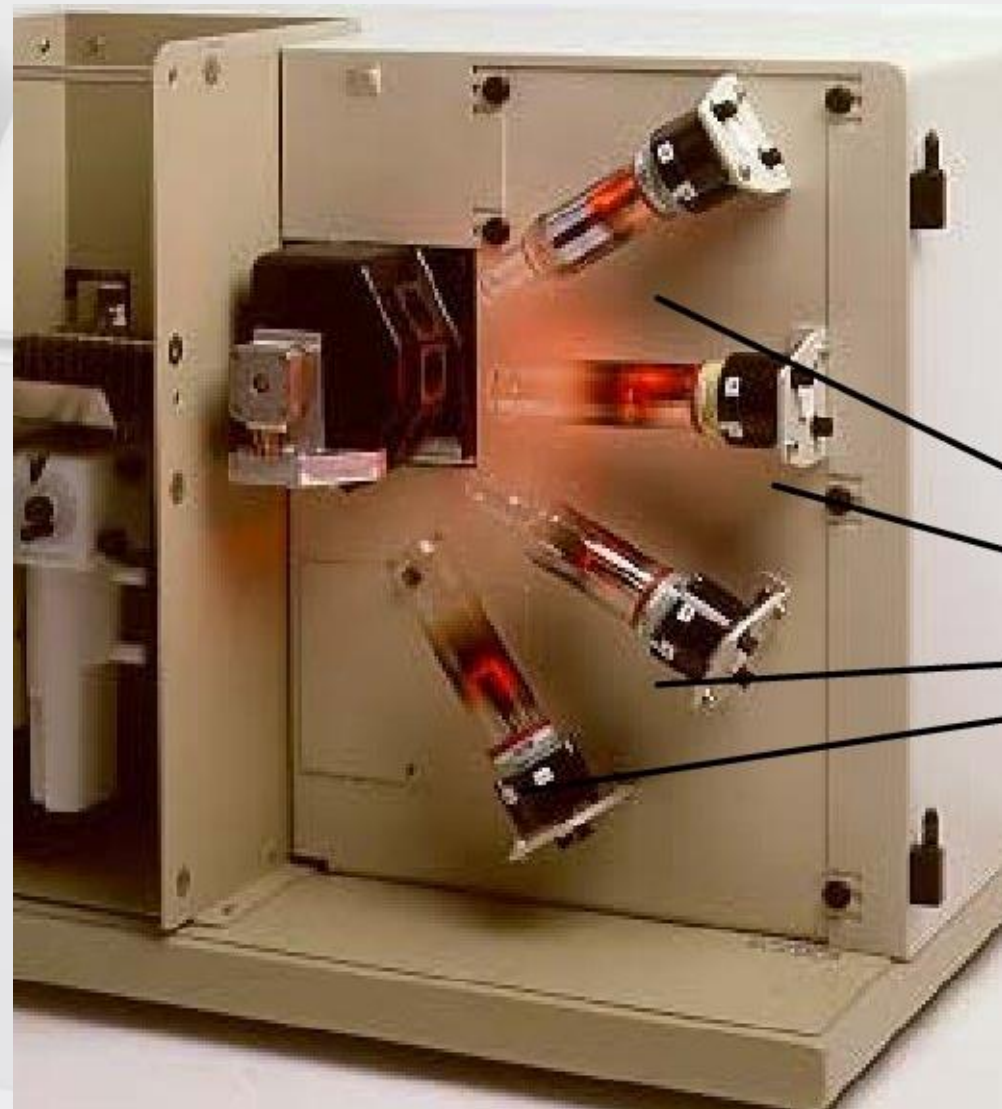


# Espectroscopia de absorción atómica

Lámpara de cátodo hueco



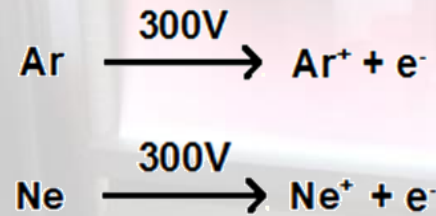
lámparas Varian



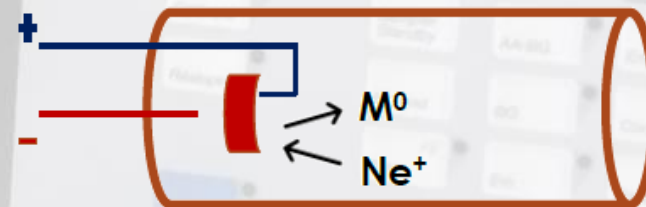
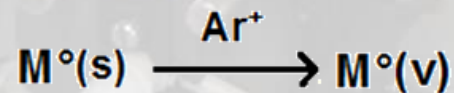
# Espectroscopia de absorción atómica

## Lámpara de cátodo hueco

Aplicando un potencial de unos 300 V a través de los electrodos se provoca la ionización del gas noble:



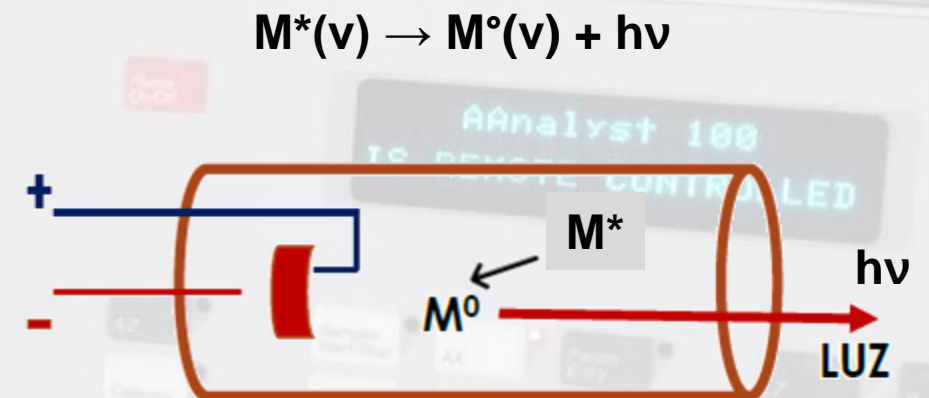
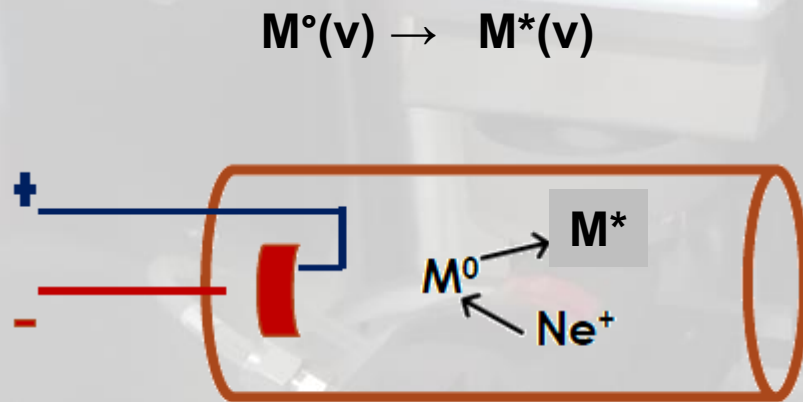
Los cationes de gas noble chocan contra el cátodo con energía suficiente para arrancar átomos del metal M, produciendo así una nube atómica (pulverización catódica)



# Espectroscopia de absorción atómica

## Lámpara de cátodo hueco

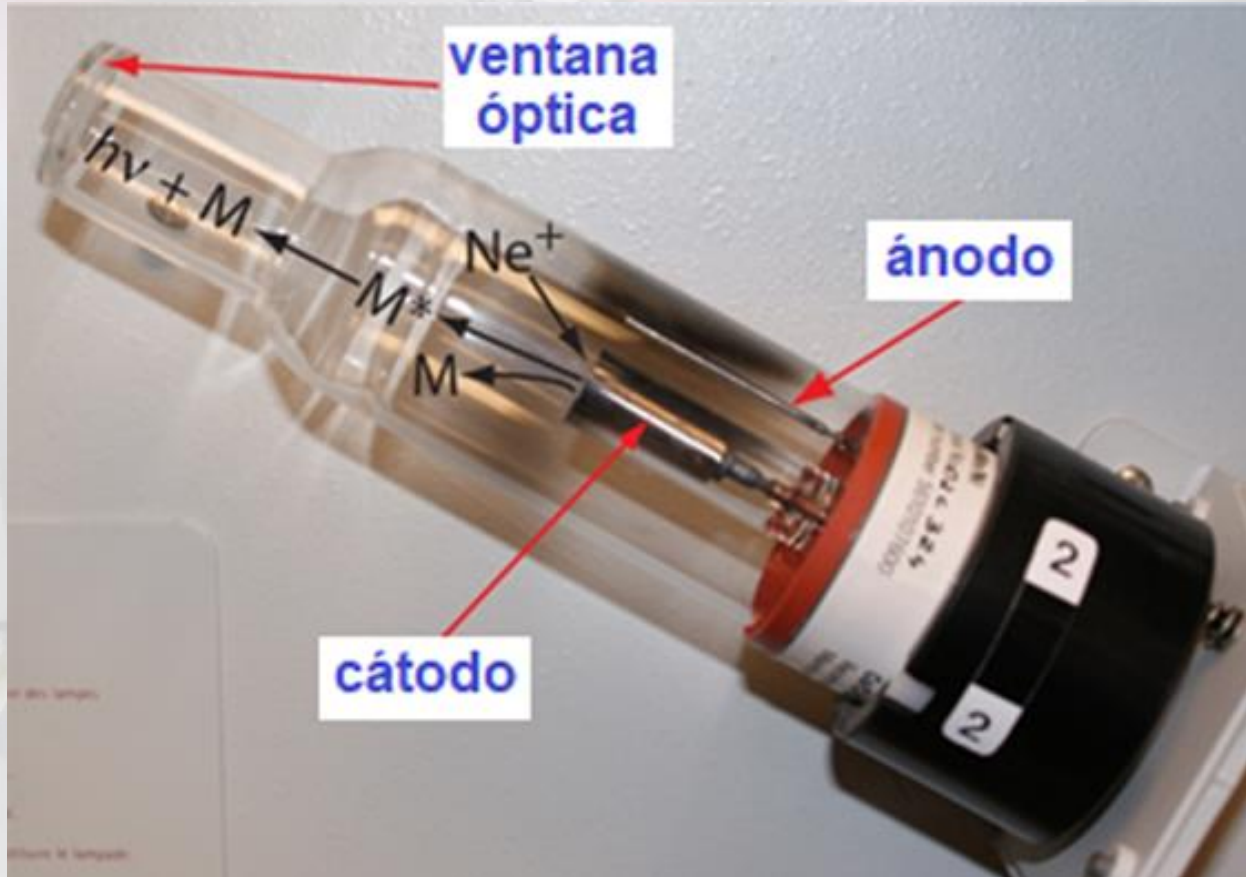
Algunos de estos átomos metálicos pulverizados llegan a excitarse y emiten longitudes de onda características cuando vuelven al estado fundamental:



Esta radiación atraviesa la ventana y es absorbida por los átomos de M.

# Espectroscopia de absorción atómica

## Lámpara de cátodo hueco



Las lámparas de cátodo hueco tienen una vida útil limitada. Con el uso prolongado, el proceso de pulverización catódica elimina algunos de los átomos de metal del cátodo, los que se depositan en otras partes, especialmente en la cubierta de vidrio.



# Espectroscopia de absorción atómica

**ATOMIZACIÓN**

**POR LLAMA**

**ELECTROTÉRMICA**

**GENERADOR DE HIDRUROS**

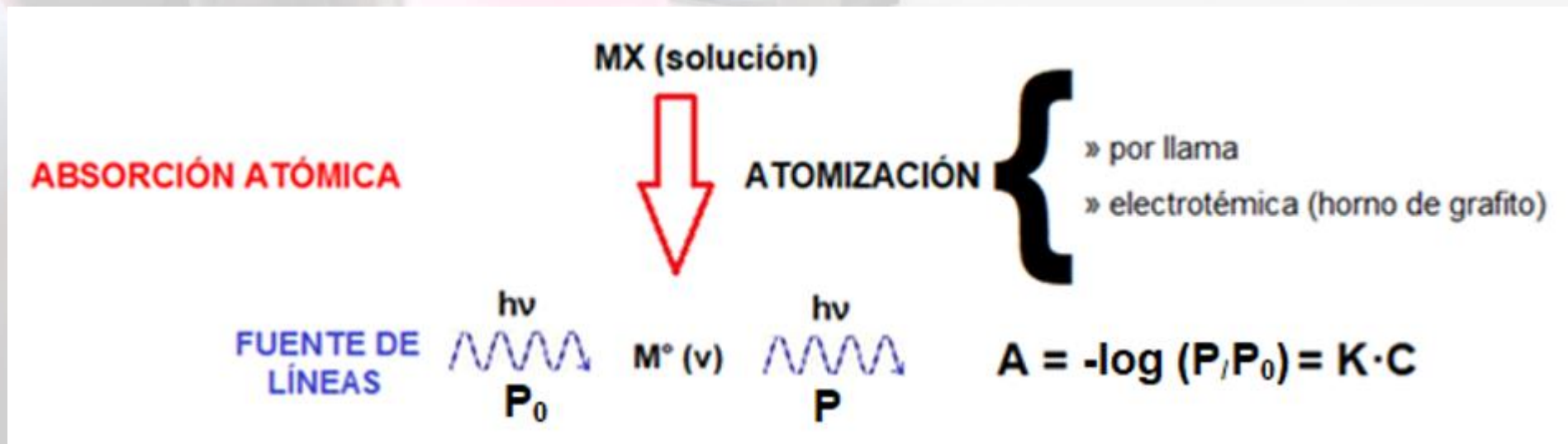
**VAPOR FRIO**





# Espectroscopia de absorción atómica

Una vez atomizada la muestra, los átomos gaseosos del analito absorben la radiación característica y pasan a un estado excitado. Lo que se mide es la energía de la fuente que no fue absorbida [expresada en transmitancia  $T = P/P_0$  o más comúnmente en absorbancia  $A = -\log T = -\log (P/P_0)$ ].



Puesto que cada elemento absorbe a una  $\lambda$  característica, los métodos analíticos basados en la absorción atómica tienen la ventaja de ser muy específicos.

## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

En los equipos más comunes de absorción atómica la muestra es atomizada mediante una llama:

- acetileno-aire: alcanza una temperatura de 2100-2400°C
- acetileno-N<sub>2</sub>O: alcanza valores de 2600-2800°C.



## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

La determinación de los elementos fácilmente atomizables (marcados en celeste en la tabla) requiere el empleo de una llama acetileno-aire

**LLAMA ACETILENO-AIRE  
(2100-2400°C)**

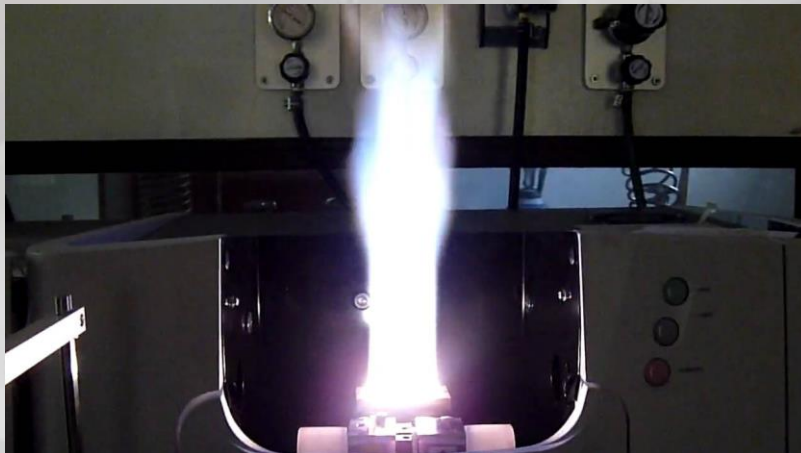


H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
					Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
					Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

Para elementos que forman compuestos refractarios y que no se descomponen en la llama aire-acetileno (marcados en violeta en la tabla) se requiere la llama acetileno-N<sub>2</sub>O, que alcanza mayores temperaturas y proporciona por ende mayor energía para su atomización.

**LLAMA ACETILENO-N<sub>2</sub>O  
(2600-2800°C)**



H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
					Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
					Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

Para determinar elementos tales como Ca, Ba, Cr, Mo, o Sn, pueden ser empleados indistintamente ambos tipos de llama.

## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

Si atendemos a la proporción de los gases, existen tres tipos de llamas:

**Estequiométrica:** Se produce a partir de cantidades estequiométricas del oxidante y el combustible, de modo que el combustible es totalmente quemado y el oxidante consumido en su totalidad.

**Oxidante:** Esta llama se forma a partir de una mezcla pobre en combustible. Es la llama más caliente y presenta un aspecto azul transparente.

**Reductora:** Se forma a partir de una mezcla rica en combustible. Es una llama relativamente fría y presenta un color amarillento.



**Oxidante**

Pobre en combustible.  
Llama más caliente



**Estequiométrica**

Mezcla  
combustible/oxidante,  
en iguales proporciones



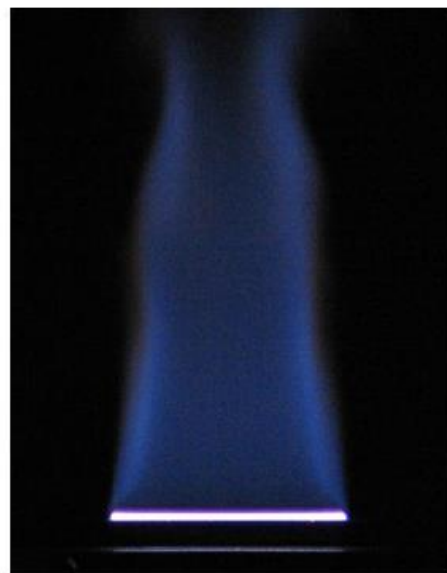
**Reductora**

Rica en combustible.  
Llama mas fría

## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

La razón óptima combustible-comburente dependerá:

- del tipo de quemador
- de los gases (combustible-comburente)
- del elemento a determinar



**Oxidante**



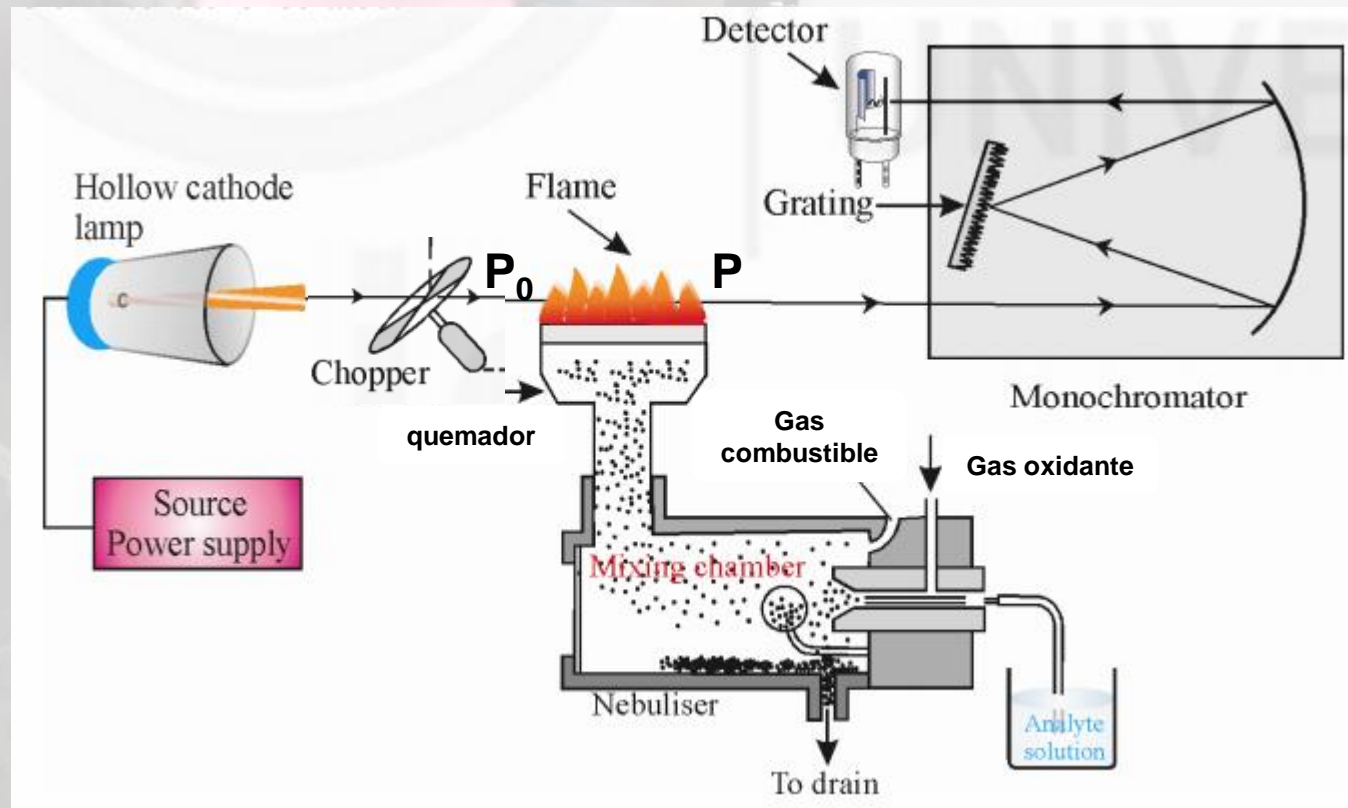
**Estequiométrica**



**Reductora**

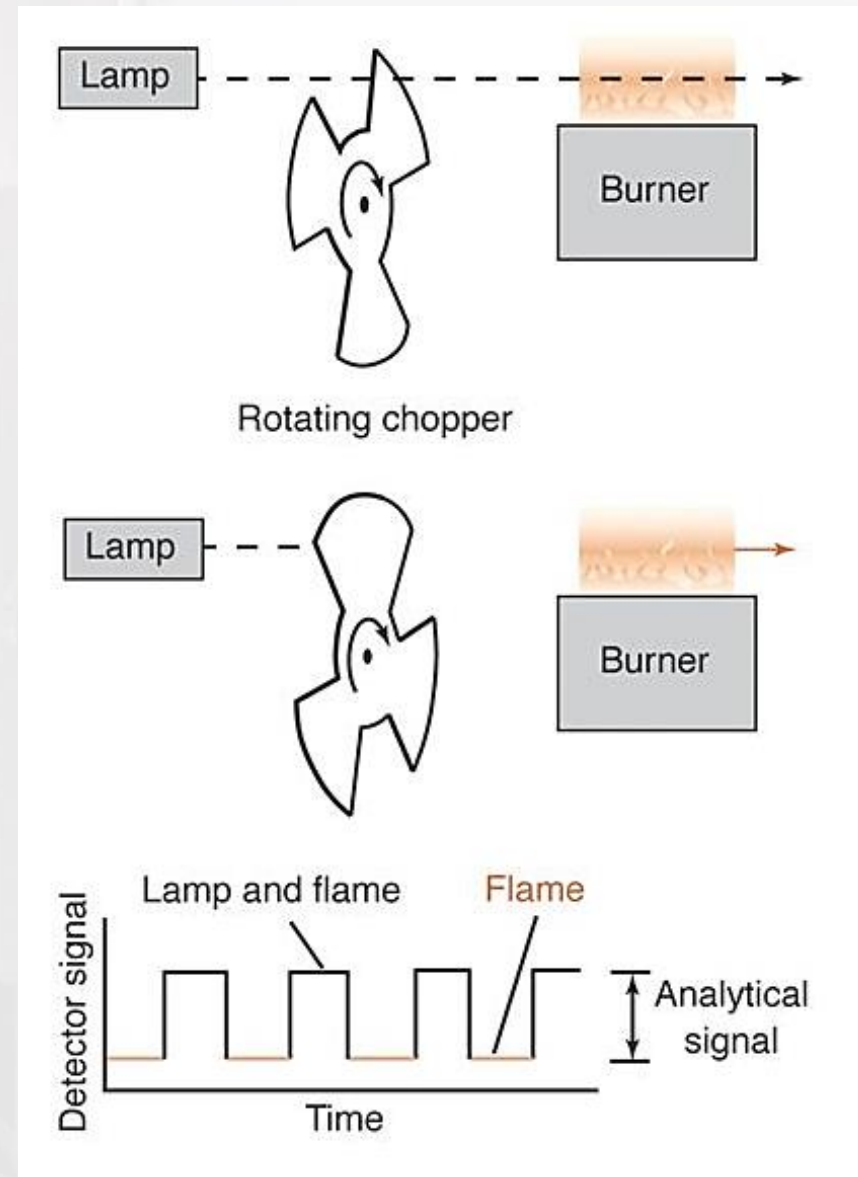
## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

A continuación se muestra un esquema de un equipo típico de absorción atómica basado en atomización por llama. La radiación procedente de la fuente externa de líneas atraviesa la llama, pasa a través de un selector de longitudes de onda y llega a la superficie de un detector de radiación.



## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

Un entrecortador de haz llamado chopper actúa como modulador, permitiendo discriminar la radiación procedente de la fuente de la procedente de la llama.





# Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama



100  
CONTROLLED

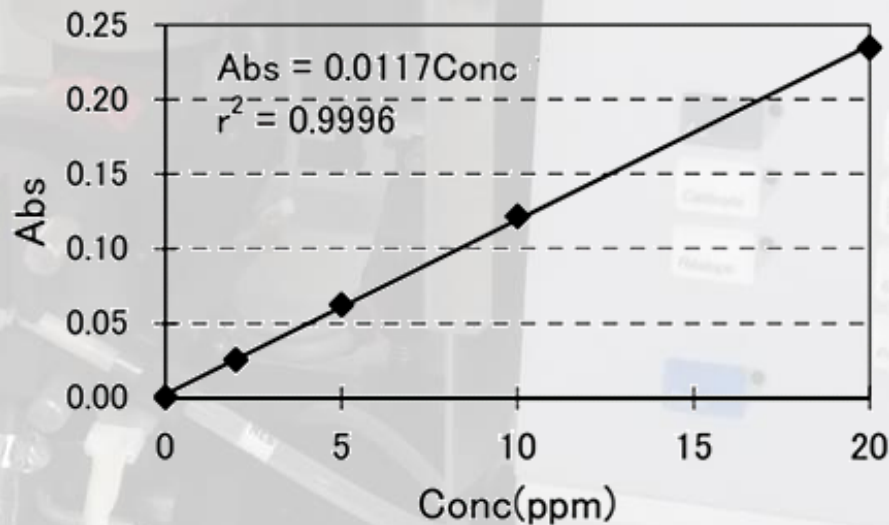


## Análisis cuantitativo por absorción atómica

La relación entre la absorbancia medida y la concentración del analito en la muestra viene dada por:

$$A = K \cdot C$$

En donde K es una función de concentración. Sin embargo, en un cierto rango acotado de concentraciones K suele ser una constante, de manera tal que al graficar A vs. C obtenemos una recta que pasa por el origen.

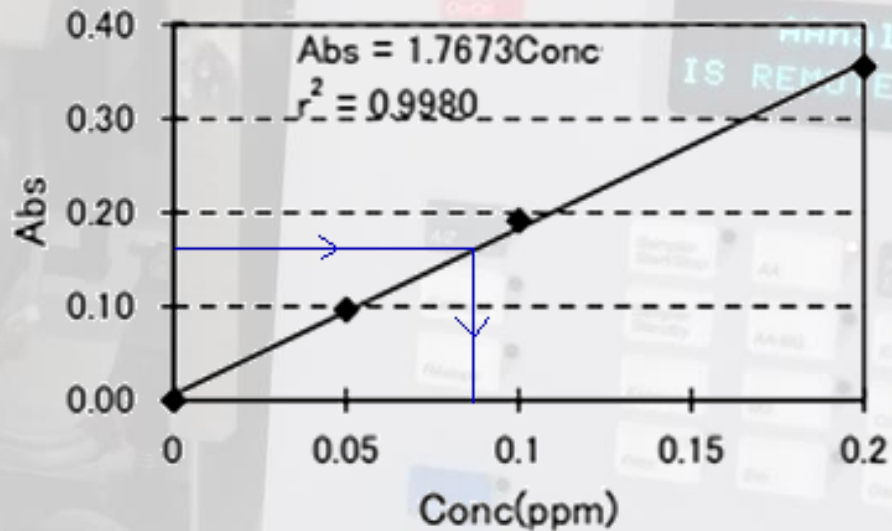


AAAnalyst 100  
IS REMOTE CONTROLLED

## Análisis cuantitativo por absorción atómica

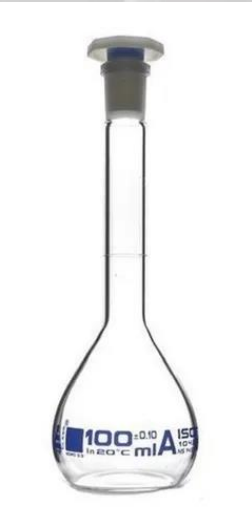
En el TP utilizaremos el método de la curva de calibración o estándar externo, construyendo una curva A vs. C empleando una serie de soluciones patrón y ajustando luego la mejor recta que pasa por el origen. A continuación se mide la A de la muestra, diluida adecuadamente de manera tal que la concentración del analito se halle dentro del rango de concentraciones de los patrones empleados.

Conc(ppm)	Abs
0	0.0001
0.05	0.0965
0.1	0.1912
0.2	0.3547

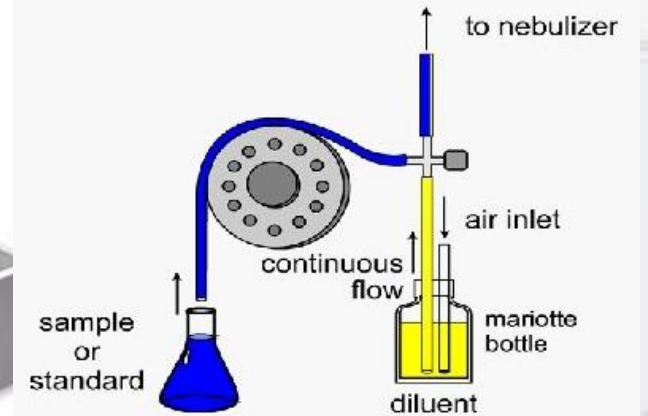


# Análisis cuantitativo por absorción atómica

soluciones patrón



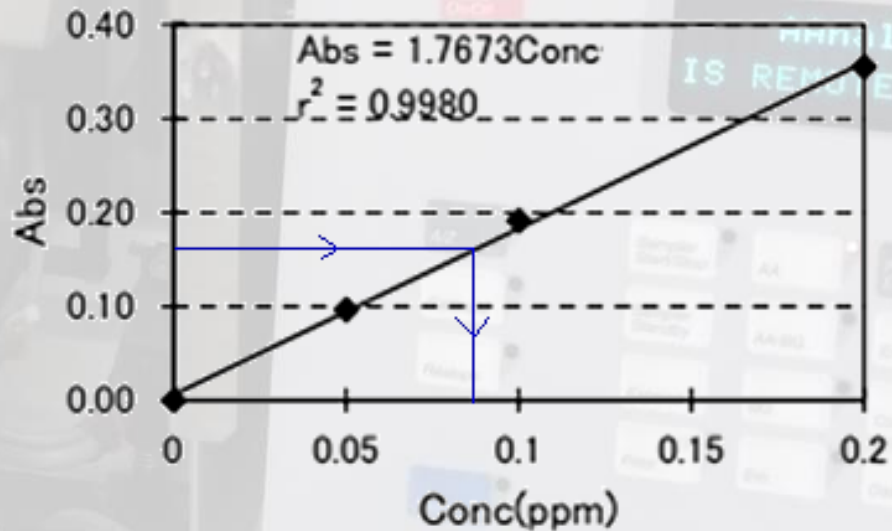
Sample Introduction Pump System (SIPS)



## Análisis cuantitativo por absorción atómica

Para poder emplear este método es importante mantener constantes las condiciones experimentales (especialmente los caudales de combustible y oxidante) y la composición de la matriz debe ser lo más parecida posible tanto en los patrones usados para construir la curva como en la muestra del analito.

Conc(ppm)	Abs
0	0.0001
0.05	0.0965
0.1	0.1912
0.2	0.3547



## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización por llama

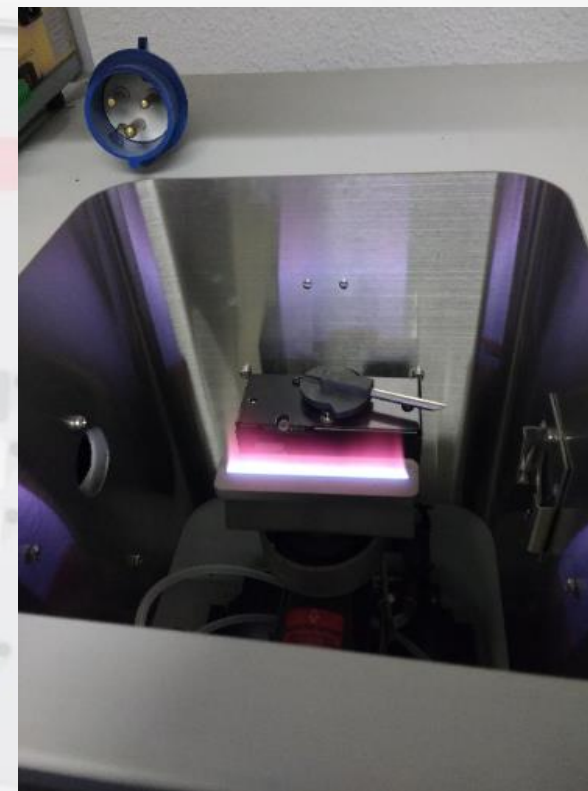
La sensibilidad de esta técnica basada en atomización por llama se ubica desde las ppm hasta las ppb, variando de acuerdo al analito.

Number of Elements Detected at Concentrations of:					
Method	< 1 ppb	1-10 ppb	11-100 ppb	101-500 ppb	> 500 ppb
	< 0,001 ppm	0,001-0,01 ppm	0,01-0,1 ppm	0,1-0,5 ppm	> 0,5 ppm
ICP Emission	9	32	14	6	0
Flame Atomic Emission	4	12	19	6	19
Flame Atomic Fluorescence	4	14	16	4	6
Flame Atomic Absorption	1	14	25	3	14

## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio y magnesio en agua corriente

Utilizaremos el equipo de absorción atómica AAnalyst 100 de Perkin Elmer, manejado desde una PC con el software AAWinLab Analyst. En este equipo la muestra es atomizada mediante una llama acetileno-aire.



## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio y magnesio en agua corriente

Utilizaremos el equipo de absorción atómica AAnalyst 100 de Perkin Elmer, manejado desde una PC con el software AAWinLab Analyst. En este equipo la muestra es atomizada mediante una llama acetileno-aire.

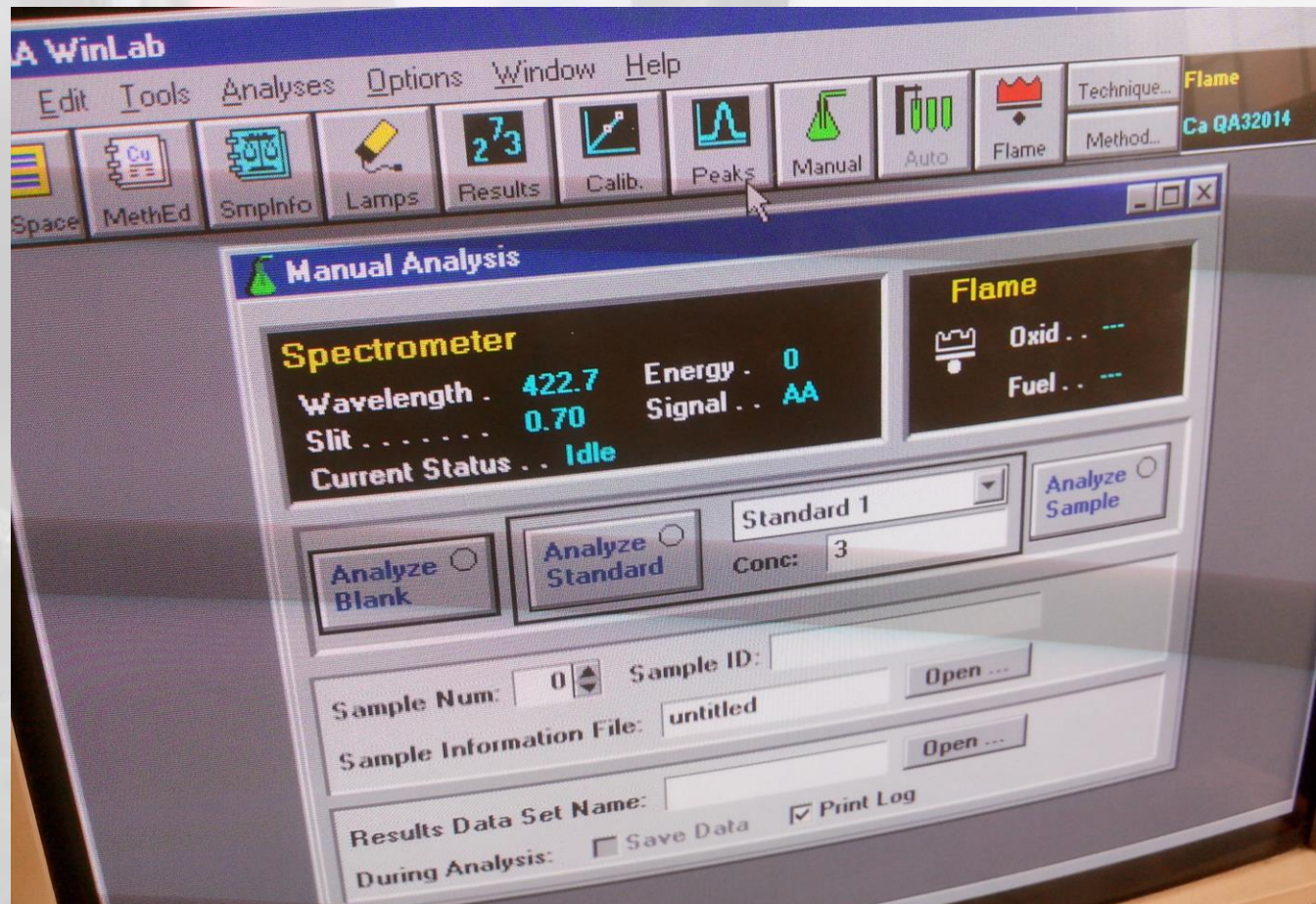




## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio

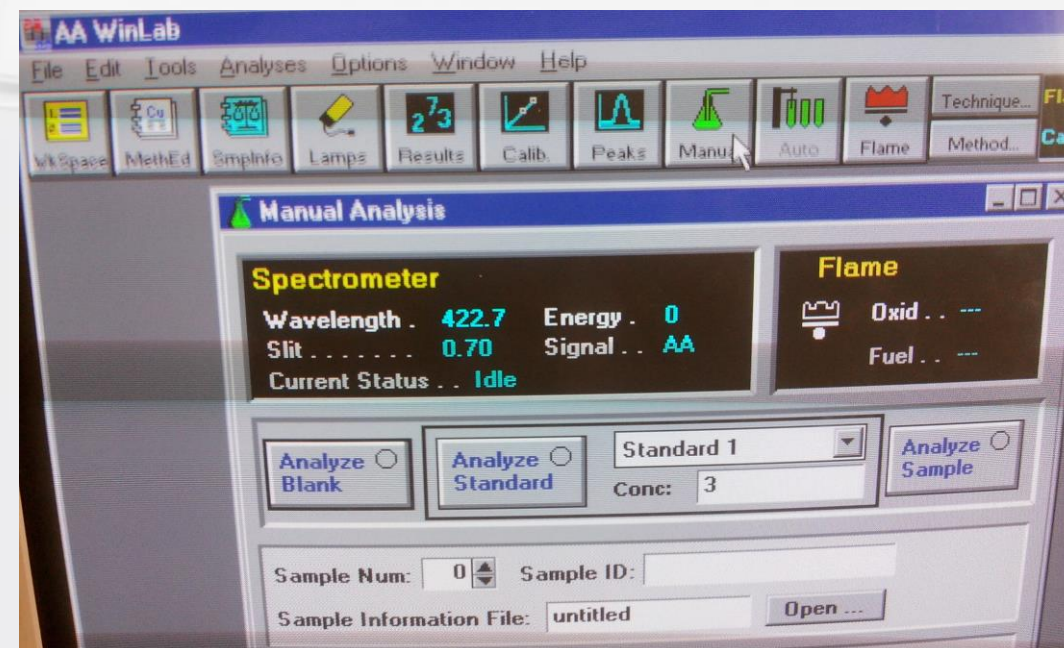
En el software se selecciona la lámpara de Ca y el método correspondiente.



## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio

El cero de absorbancia (blanco) se ajusta con agua ultrapura MilliQ. Luego se mide la A de una serie de patrones de Ca entre 3 y 25 ppm. Con estos valores se construye un gráfico A vs. C, y se ajusta la mejor recta que pase por el origen. Se prepara una dilución 1:2 de agua de la canilla y se mide su absorbancia. Se recurre al gráfico y se determina la concentración de la muestra diluida. Finalmente se tiene en cuenta la dilución realizada y se calcula la concentración de Ca en el agua de canilla.



## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio

	Ca ppm	A
<b>Blanco</b>	0	0
<b>Patrones</b>	3	
	5	
	10	
	15	
	25	
<b>Muestra</b> 50 ml de agua canilla en volumen final de 100 ml		

## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de calcio

	Ca ppm	A
<b>Blanco</b>	0	0
<b>Patrones</b>	3	0,175
	5	0,276
	10	0,498
	15	0,700
	25	1,069
<b>Muestra</b> 50 ml de agua canilla en volumen final de 100 ml		0,469

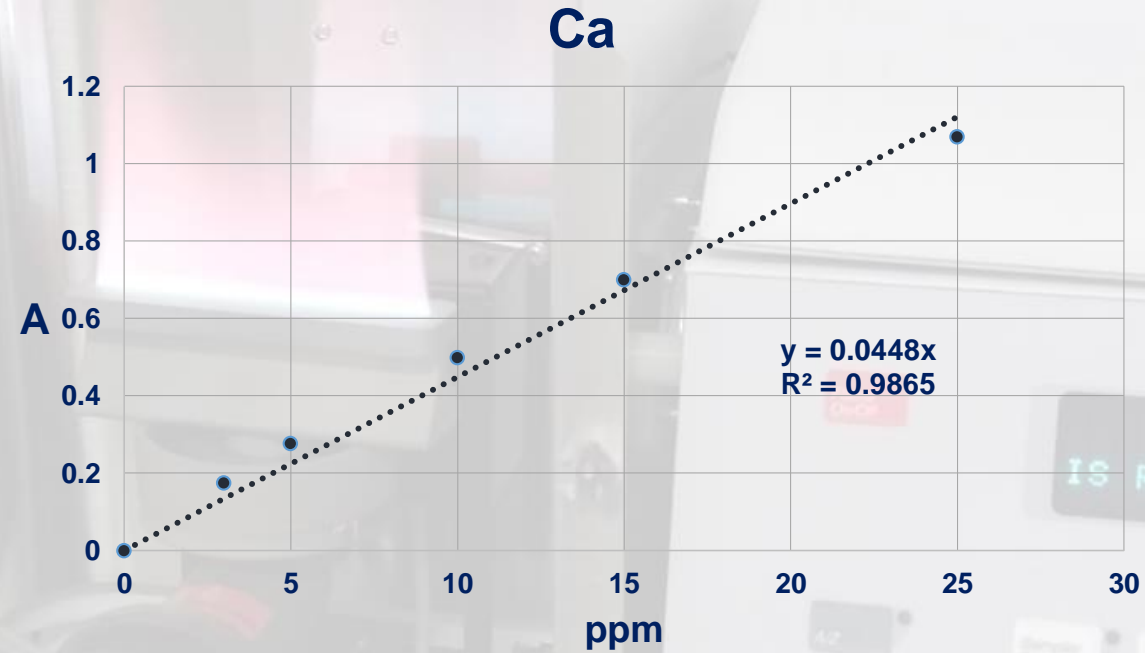
# TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

## Determinación de calcio



# TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

## Determinación de calcio



En matraz (dilución 1:2):  $A = 0,469$

En agua de red:

concentración Ca = 10,47 ppm

concentración Ca = 20,94 ppm



## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de magnesio

	Mg ppm	A
Blanco	0	0
Patrones	0,1	
	0,2	
	0,3	
	0,4	
	0,5	
Muestra 1 ml de agua canilla en volumen final de 100 ml		



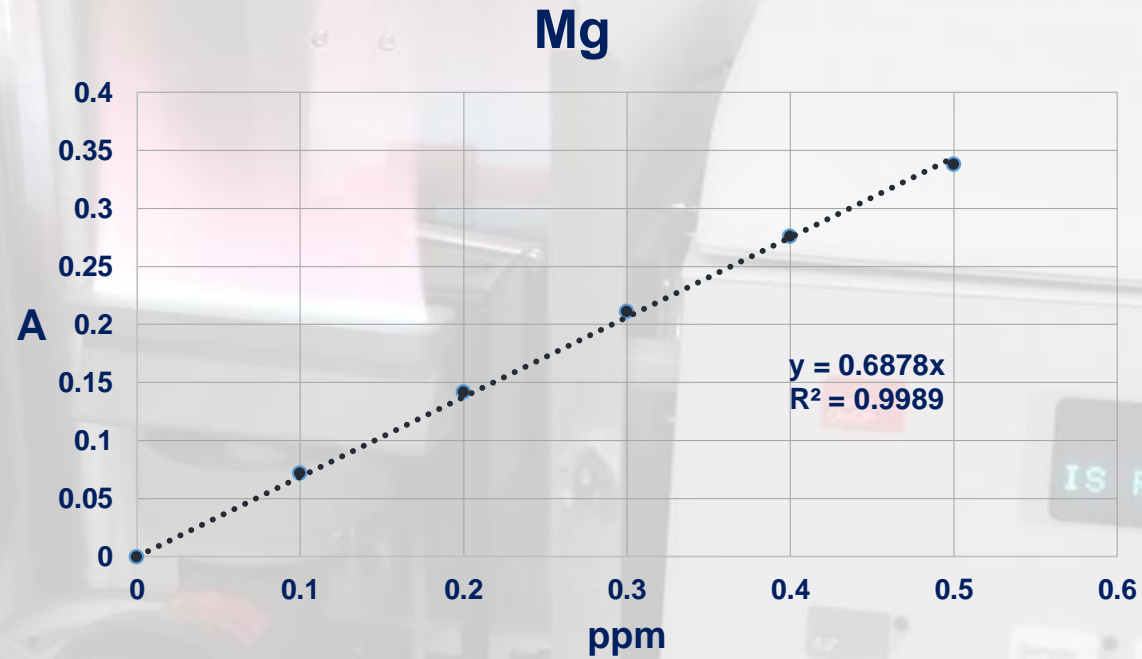
## TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

### Determinación de magnesio

	Mg ppm	A
<b>Blanco</b>	0	0
<b>Patrones</b>	0,1	0,072
	0,2	0,142
	0,3	0,211
	0,4	0,276
	0,5	0,338
<b>Muestra</b> 1 ml de agua canilla en volumen final de 100 ml		0,073

# TP N° 8 PARTE 2: ABSORCIÓN ATÓMICA

## Determinación de magnesio



En matraz (dilución 1:100):  $A = 0,073$

En agua de red:

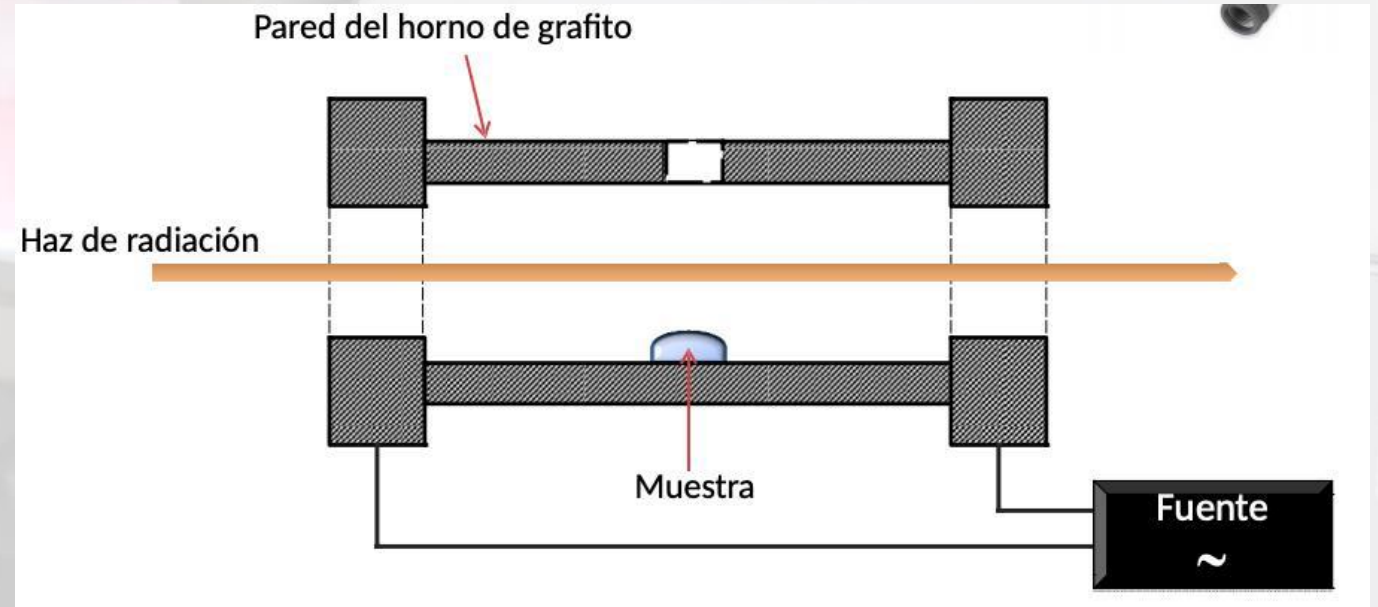
concentración Mg = 0,106 ppm

concentración Mg = 10,61 ppm

AAAnalyst 100  
IS REMOTE CONTROLLED

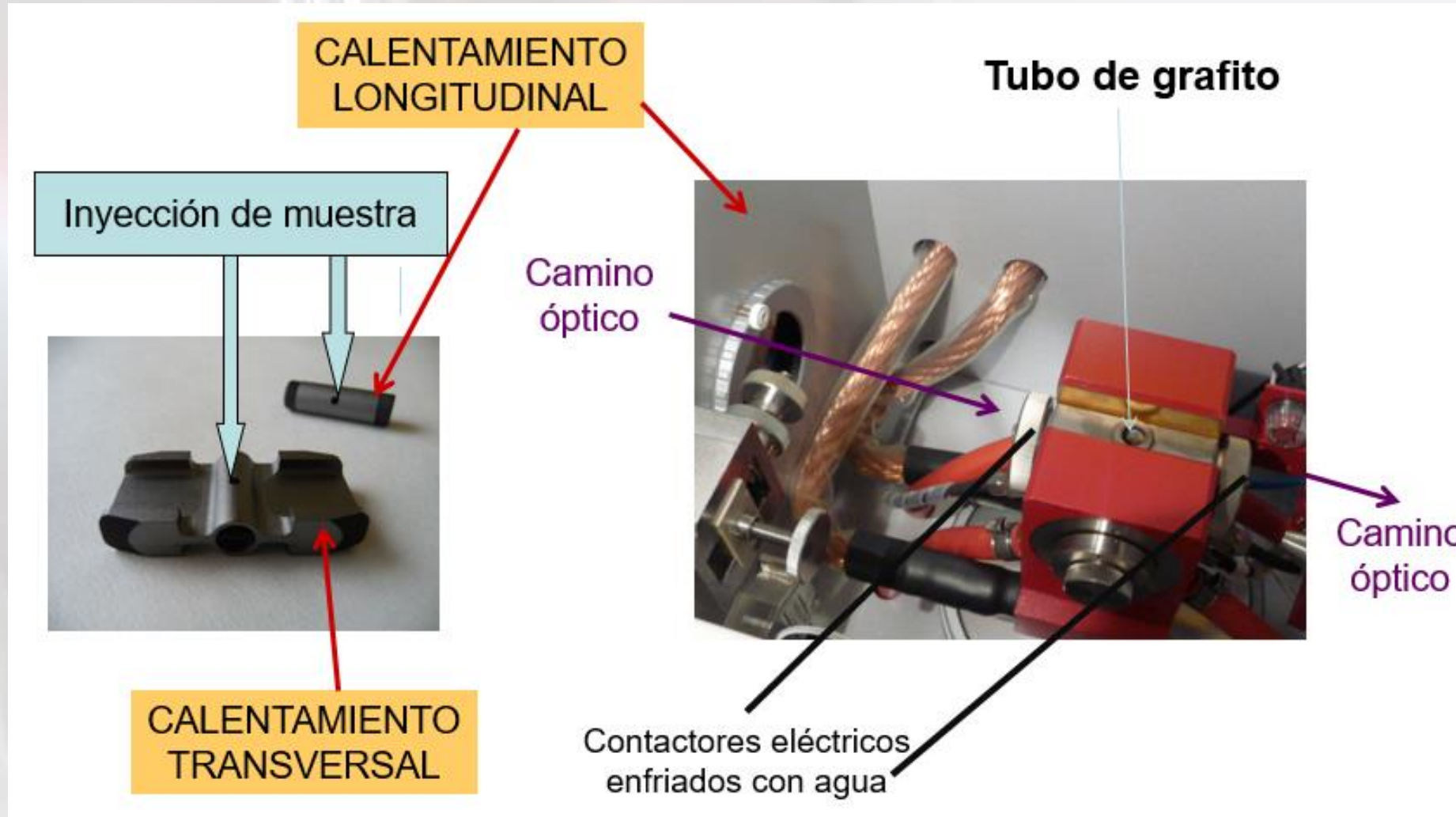
## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotrémica

Aquí la muestra se introduce en un **horno de grafito**

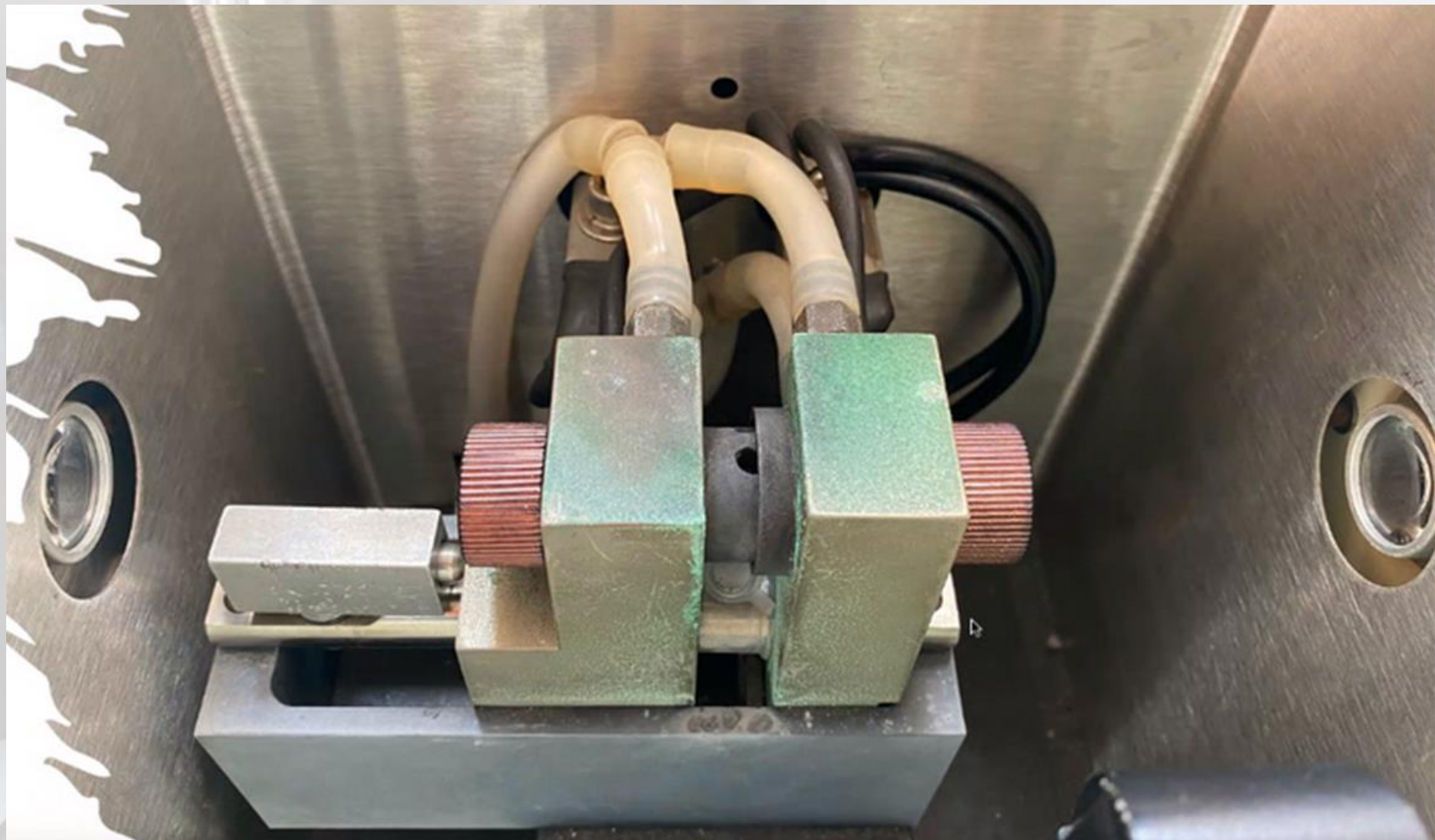


Consiste en un tubo cilíndrico hueco de aproximadamente 4 cm de altura y 1 cm de diámetro, abierto a ambos extremos y con un orificio en el centro para poder inyectar la muestra líquida o sólida que se desea analizar.

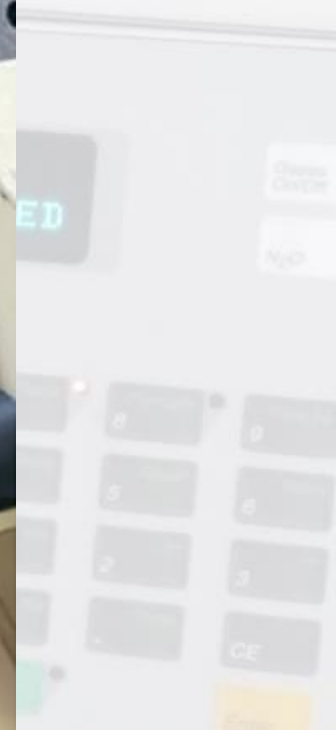
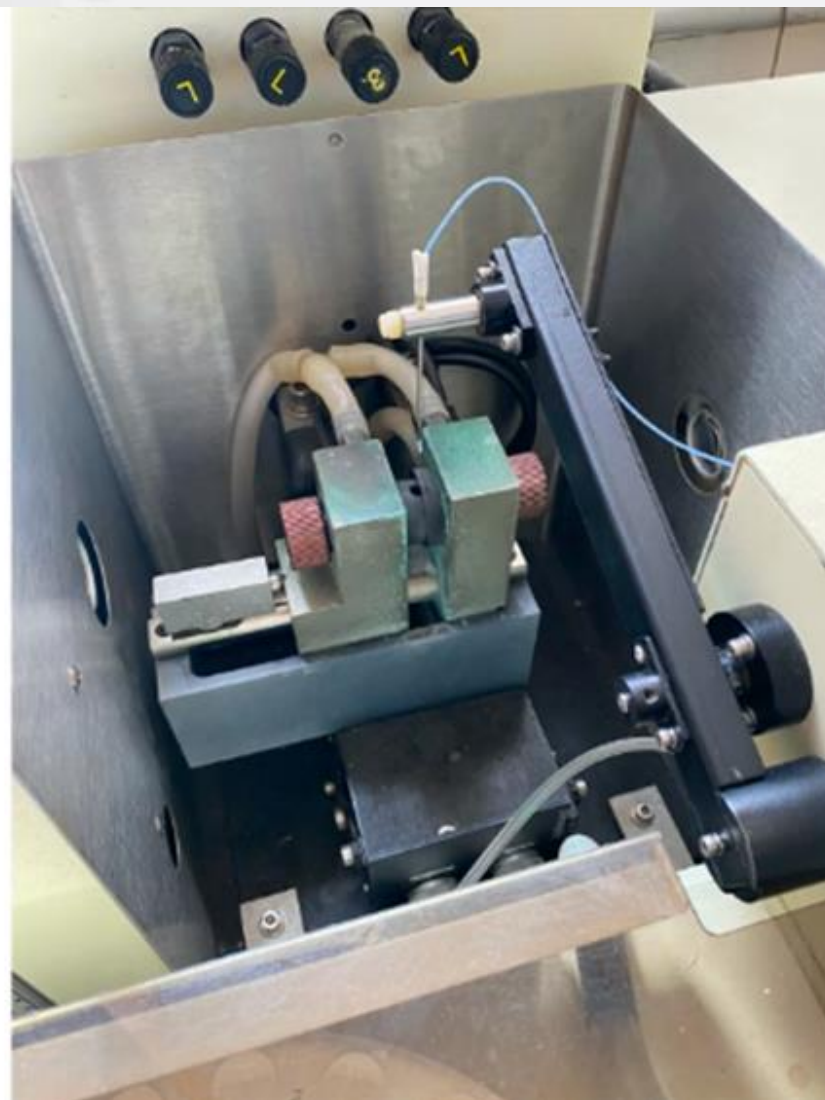
# Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotrémica



## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotrémica

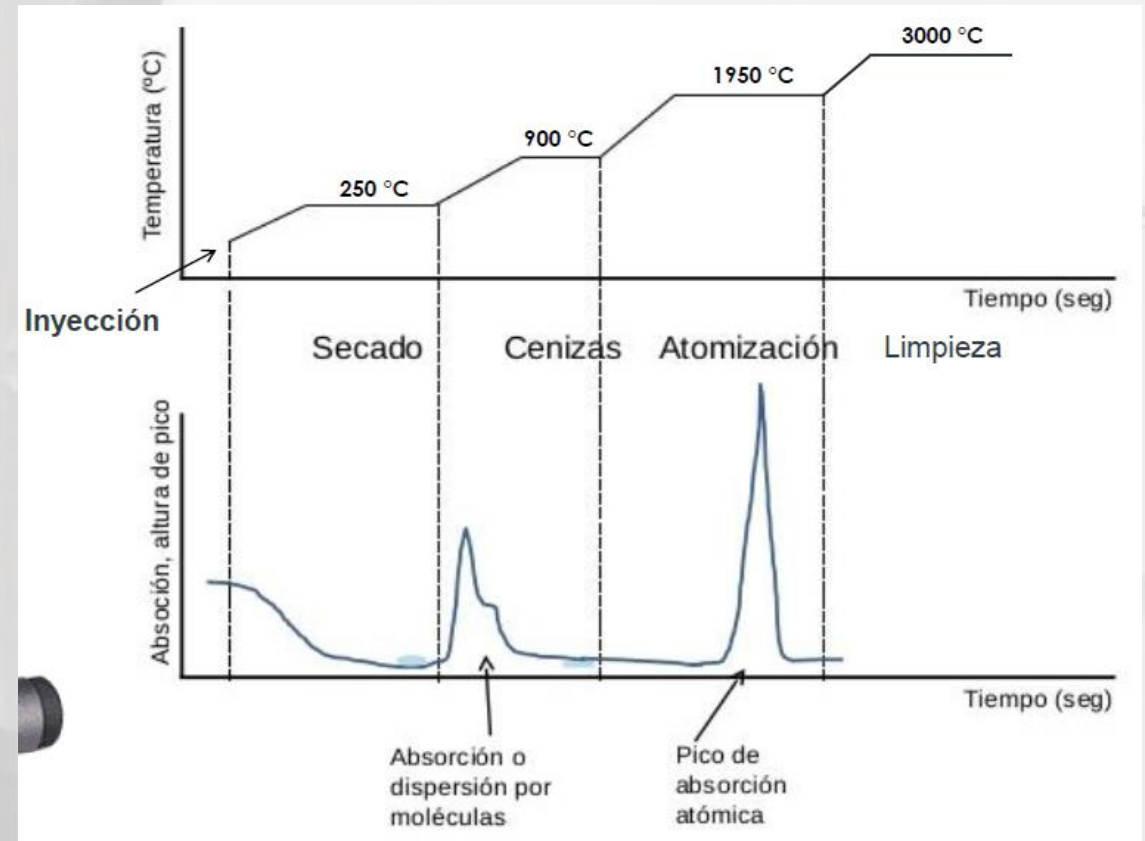
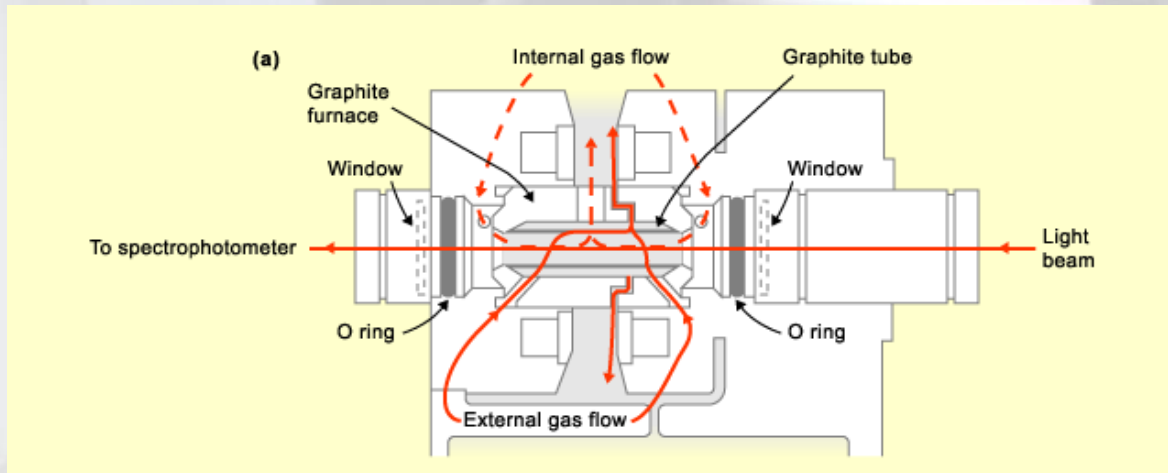


## Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotrémica



# Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotérmica

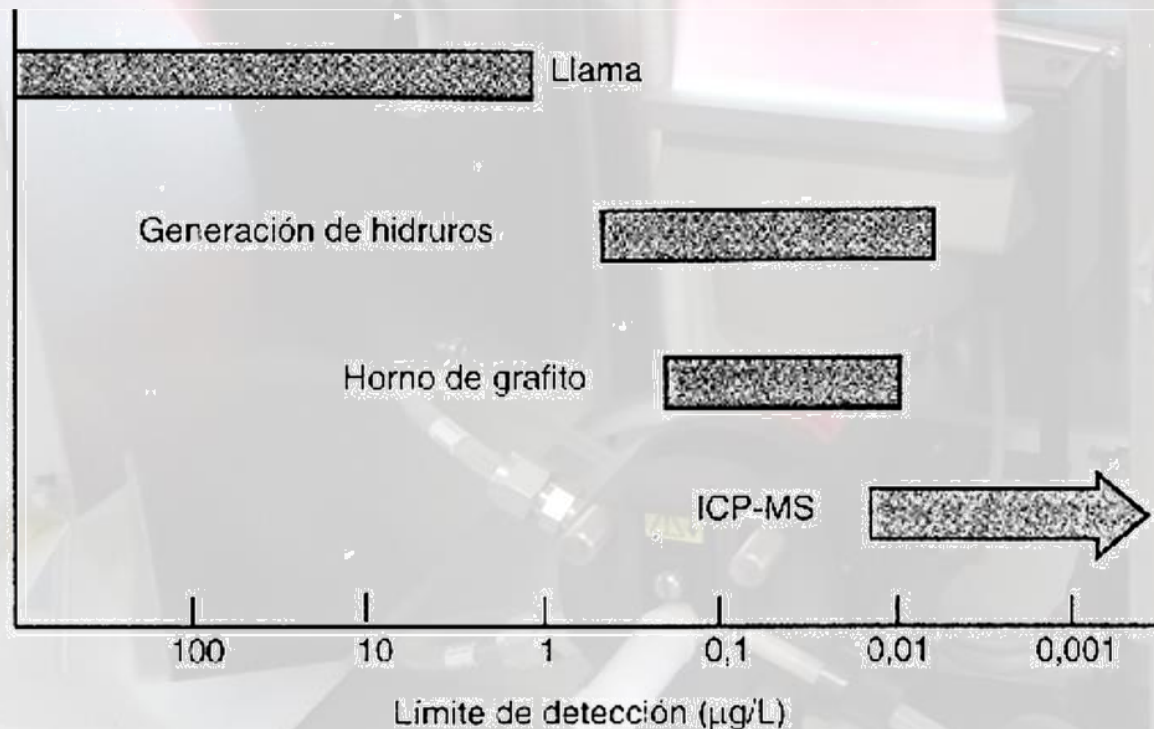
La muestra se somete luego a un programa de calentamiento (aplicando una corriente eléctrica) en donde se seca, se calcina y finalmente se atomiza.



Programa de calentamiento

# Espectroscopia de absorción atómica basada en atomización electrotérmica

La mayor eficiencia y el carácter discreto de la atomización permite obtener una mejor sensibilidad con respecto a la técnica basada en llama, y las concentraciones analizables están típicamente en el orden de ppb.



## Llama

- Rápida
- Resultados de 5 a 10 seg
- El volumen de muestra es de ml
- Interferencias bien documentadas
- Las concentraciones analizables se encuentran en el rango de **mg/l**

## Horno de grafito

- Resultados de 2 a 3 minutos
- El volumen de muestra es de  $\mu$ l
- Las concentraciones analizables están en el orden de **ug/l** (trazas)
- sensibilidad ppb



# Espectroscopia de absorción atómica

## TÉCNICAS ESPECIALIZADAS DE ATOMIZACIÓN

### GENERADOR DE VAPOR DE HIDRUROS



H															He		
Li	Be										B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg										Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															
				Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
				Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

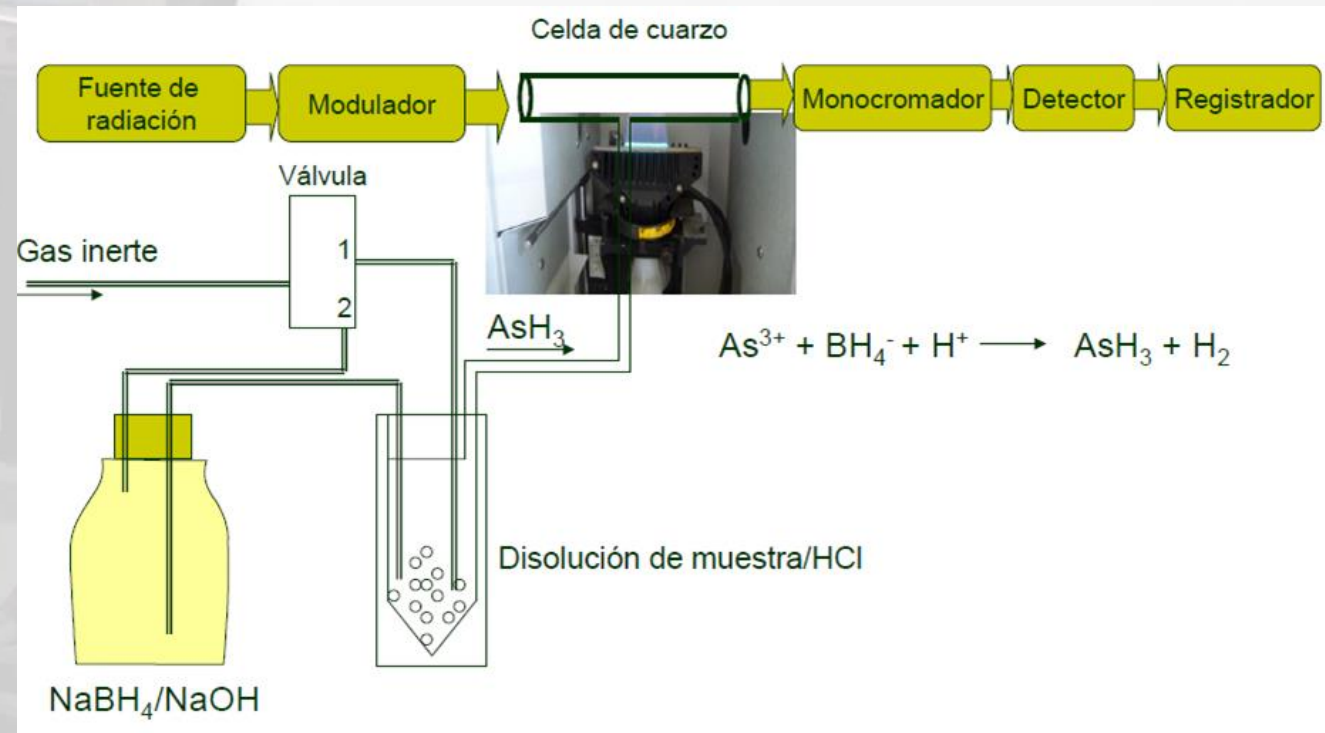
Se emplea para  
elementos que forman  
hidruros covalentes  
volátiles  
(As, Se, Sb)

# Espectroscopia de absorción atómica

## TÉCNICAS ESPECIALIZADAS DE ATOMIZACIÓN

### GENERADOR DE VAPOR DE HIDRUROS

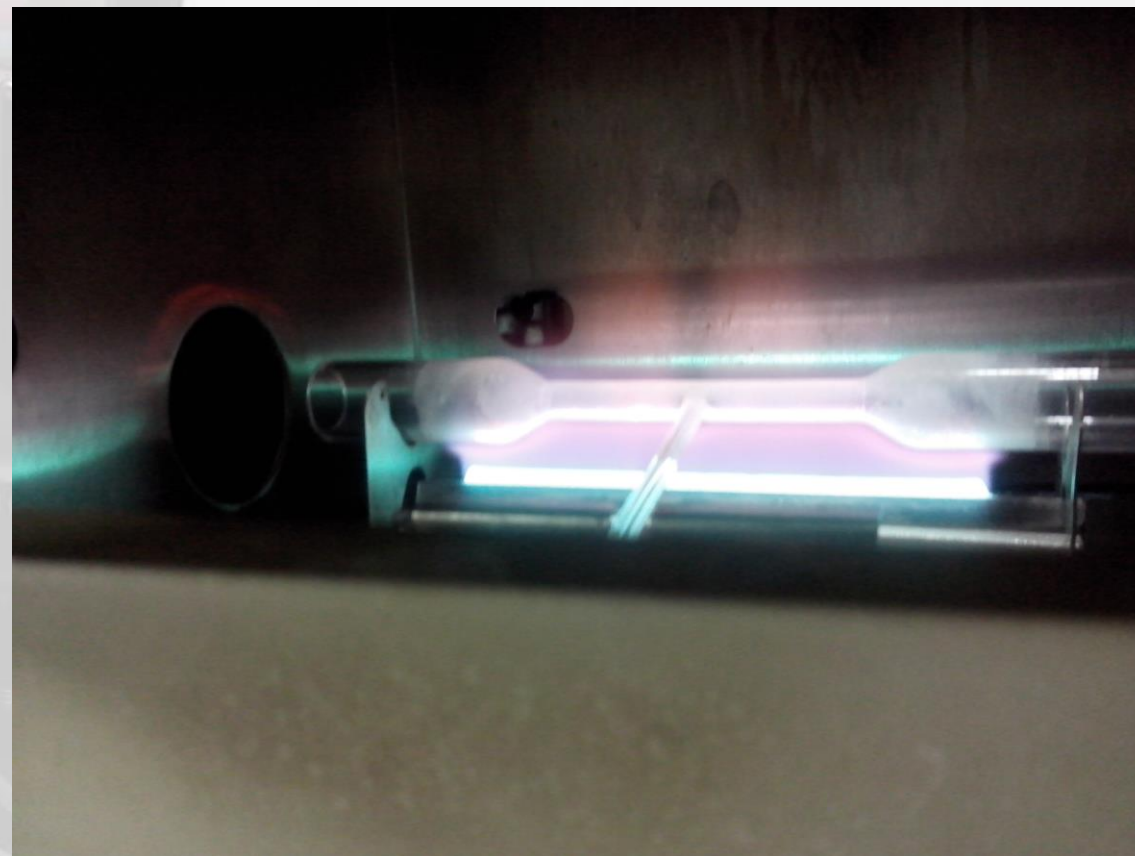
Los hidruros se generan tratando la muestra (en HCl) con  $\text{NaBH}_4/\text{NaOH}$ . Los mismos se arrastran con una corriente de gas inerte ( $\text{N}_2$ ) hacia una celda de cuarzo especial que se ubica sobre la llama y está alineada en el paso óptico. Allí tendrá lugar la atomización y la absorción de la radiación de la lámpara correspondiente. La sensibilidad de esta técnica se halla en el orden de ppb a ppt.



# Espectroscopia de absorción atómica

## TÉCNICAS ESPECIALIZADAS DE ATOMIZACIÓN

### GENERADOR DE VAPOR DE HIDRUROS

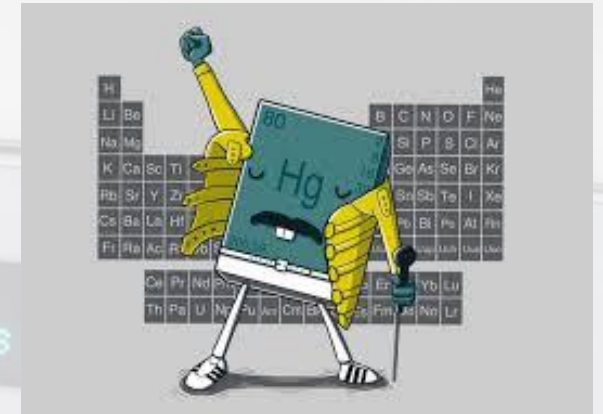


# Espectroscopia de absorción atómica

## TÉCNICAS ESPECIALIZADAS DE ATOMIZACIÓN

GENERADOR DE VAPOR DE Hg  
(TÉCNICA DE VAPOR FRÍO)

H																			He
Li	Be											B	C	N	O	F		Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl		Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br		Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I		Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At		Rn	
Fr	Ra	Ac																	
				Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb		Lu	
				Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No		Lr	



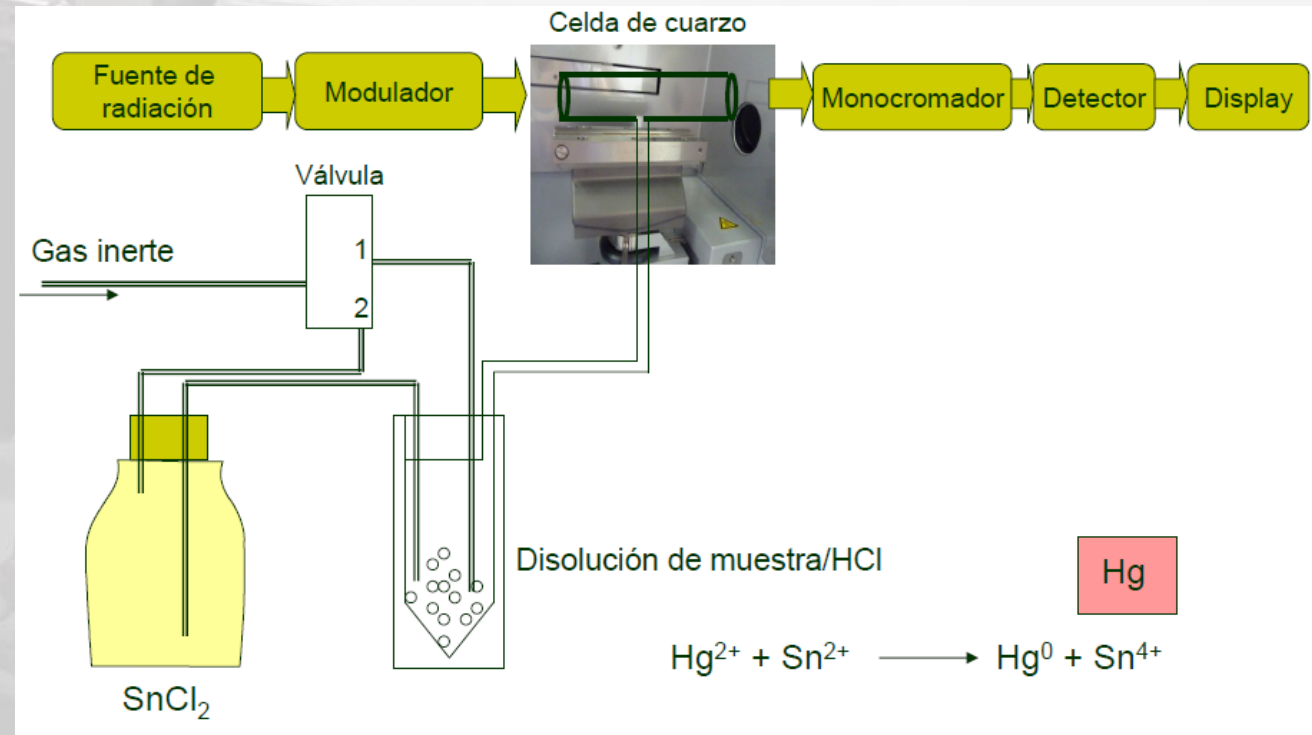
permite determinar niveles  
muy bajos de Hg  
(sensibilidad ppb a ppt)

# Espectroscopia de absorción atómica

## TÉCNICAS ESPECIALIZADAS DE ATOMIZACIÓN

### GENERADOR DE VAPOR DE Hg (TÉCNICA DE VAPOR FRÍO)

El Hg (volátil) se genera utilizando un reductor ( $\text{SnCl}_2$ ). El vapor de Hg se arrastra con una corriente de gas inerte hacia una celda de cuarzo alineada en el paso óptico. Allí tendrá lugar la absorción de la radiación de la lámpara de Hg (no es necesaria la llama porque el Hg ya está en forma de átomos en estado gaseoso)



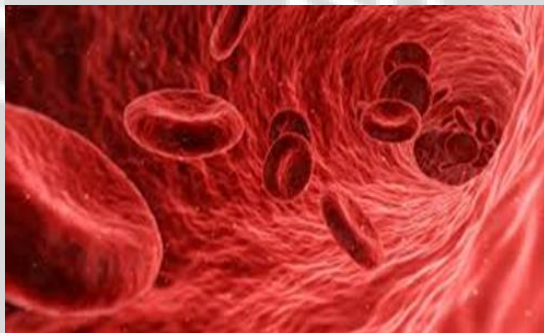
## Aplicaciones de la espectroscopia de absorción atómica

- Análisis de aguas (potables, pozo, residuales, industriales, río, mar. De acuerdo al origen se puede determinar por ej. Ca, Mg, Fe, Mn, Al, Ba, Cd, Zn, Pb, Cr, V, As, Se, Hg)
- Análisis de suelos o sedimentos (ej. Pb, Cd, Fe, Al, Zn, Cr, Hg)
- Análisis de alimentos y bebidas (ej. Cd en chocolate; Sn en enlatados; Fe, B; Cu, Zn en vinos; Ca, Cu, Fe y Pb en aguardientes; Cu, Pb, Zn, Sn y As en productos cárnicos; Zn, Cu, Cd, Cr, Fe, Ni, Pb, As y Hg en peces y mariscos; Zn, Cr, Mn, Pb, Cu en maíz; Cu, Fe, Mg, Mn, Na, K en aceites vegetales; Cu, Ni en té; Ca, Mg; Na, K en leche; Na, K, Mg, Ca, Pb, Ni, Cu; Fe, Zn en cerveza)



## Aplicaciones de la espectroscopia de absorción atómica

- Análisis de muestras biológicas biológicas: (i) determinación de electrolitos y oligoelementos en tejidos y fluidos biológicos ej. Ca, Mg, Li, K, Na, Fe en sangre entera, plasma o suero; Se, Cu en suero; Ca, Mg, Na, K en orina; Zn, Li en suero u orina; Ca, Mg, Cu, Zn en LCR (ii) Análisis toxicológico ej. Pb, Mn en sangre; Cr en suero de pacientes con prótesis metal-metal; As en orina, pelo o uñas; Cd, Hg, Ni, Tl en orina; Cu, Co en orina o sangre entera.
- Contaminación atmosférica: Cd, Cr, Co, Pb, Cu, Mn, Ni, Zn en material particulado aerotransportado
- Análisis de pinturas (Cr, Pb, Cd)



## Aplicaciones de la espectroscopia de absorción atómica

- Industria farmacéutica: determinación de Fe en tabletas y jarabes, Zn en medicamentos (que contienen por ejemplo óxido de Zn, undecilenato de Zn o zeolitas intercambiadas con Zn); Na, K, Ca en soluciones parenterales; Cu en formulaciones médicas; Sb en antiparasitarios; Na y K en sales de rehidratación oral; Zn en insulina; Co en vitamina B12; Sn en antihelmínticos; Li en antidepresivos; Al en cremas, lociones, polvos y tabletas; impurezas metálicas en fármacos; elementos contaminantes en suplementos dietarios; metales pesados (Cu, Hg, Cd, Pb, Tl) en plantas medicinales.
- Análisis de aditivos en grasas y aceites lubricantes (Ba, Ca, Na, Li, Zn, Mg)
- Fertilizantes (B, K, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Zn, Mo)





# Aplicaciones de la espectroscopia de absorción atómica

- Industria petroquímica: Pb en naftas; V, Pb, Na en fueloil, Ni en gasoil, Pb y Sb en aditivos
- Análisis forense (ej. metales pesados en cabello, Pb, Cu, Sb y Ba provenientes de pólvora, proyectil y fulminante)
- Minería/geoquímica/metalurgia. Ej. Análisis de aleaciones (Fe, Co, Pb, Ni, Cr, Mn, Sb)
- Arqueología (Sn, Cu, Pb, Ag, Cu, Ni en piezas arqueológicas de metal, Pb en cerámicas)



¡Gracias por su atención!



© MATT GROENING

AAAnalyst 100  
IS REMOTE CONTROLLED

