

Caracterização de amostras geológicas por espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS)

Characterization of Geological Samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry (F AAS)

João Vitor dos Anjos de Alcântara
Bolsista PCI, Técnico em química.

Arnaldo Alcover Neto
Supervisor, Químico, D.Sc.

Resumo

A quantificação elementar de diversos tipos de amostras por Espectrometria de Absorção Atômica (AAS) permite resultados confiáveis para um número expressivo de elementos da tabela periódica. Para este trabalho, será desenvolvida a Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (FAAS) em materiais de referência certificado (MRC), representando uma amostra geológica. O princípio da técnica é baseado na medida da absorção da intensidade da radiação eletromagnética, proveniente de uma fonte de radiação primária, por átomos gasosos no estado fundamental. Utilizar esta técnica só é possível porque, antes, é promovida uma digestão de MRC, por via úmida, onde é aplicado um método de preparo de amostras sólidas para garantir a dissolução da mesma e a quantificação dos elementos de interesse. A partir dos tópicos trabalhados neste relatório, foi possível afirmar que A AAS é uma técnica confiável e eficiente, que continua sendo amplamente utilizada em laboratórios de pesquisa e industriais para estudos geológicos e ambientais.

Palavras-chave: Absorção atômica; Chama; Amostras geológicas; Quantificação.

Abstract

Elemental quantification of various types of samples by Atomic Absorption Spectrometry (AAS) provides reliable results for a significant number of elements in the periodic table. For this work, Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) will be developed on certified reference materials (CRM), representing a geological sample. The principle of the technique is based on the measurement of the absorption of electromagnetic radiation intensity from a primary radiation source by gaseous atoms in the ground state. This technique is only possible because CRM digestion is promoted beforehand by wet chemistry, where a solid sample preparation method is applied to ensure its dissolution and the quantification of the elements of interest. From the topics covered in this report, it was possible to assert that AAS is a reliable and efficient technique, which continues to be widely used in research and industrial laboratories for geological and environmental studies.

Keywords: Atomic absorption; Flame; Geological samples; Quantification.

1. Introdução

A análise de amostras geológicas é essencial na geociência, abrangendo aplicações em geologia econômica e geoquímica ambiental. A depender do atomizador, surgem as seguintes classificações para a Absorção Atômica: com forno de Grafite (GFAAS), com Geração de hidreto (HGAAS) ou com Chama (FAAS). Fundamentada nos princípios de absorção atômica, a Espectrometria com chama tem sido crucial para a quantificação de elementos metálicos em concentrações relativamente pequenas, proporcionando alta seletividade e precisão (SKOOG et al., 2014; KRUG et al, 2006). Por oferecer rapidez na obtenção de resultados, a Técnica se tornou uma opção atraente para análises rotineiras em laboratórios de pesquisa e industriais e, para além disso, sua principal vantagem de alta seletividade contribui para uma excelente precisão com chances bem reduzidas de ruído (interferência). Na literatura científica, a F AAS é apresentada como uma técnica consolidada e desde seu desenvolvimento na década de 1950, ela desempenha um papel importante nos estudos de mineralização e sedimentação de metais. Entretanto, a técnica enfrenta limitações, como a baixa sensibilidade para concentrações inferiores à unidade ppm e dificuldades com elementos que requerem alta temperatura de atomização (AMORIM et a, 2008). Estas incapacidades promovem as técnicas de: Espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GFAAS), Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-OES) e Espectrometria de Massa com Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-MS), por serem mais sensíveis e multielementares (AMORIM et a, 2008).

2. Objetivo

- Revisar a literatura científica sobre caracterização de amostras geológicas por F AAS, com base nos fundamentos de espectrometria;
- Analisar aplicações da F AAS na detecção de metais em rochas e solos;
- Discutir vantagens e limitações da técnica no contexto das geociências;
- Utilização de Materiais de Referência Certificado (MRC), representando as amostras geológicas.

3. Amostras geológicas para análise química

A caracterização, através da quantificação, de amostras geológicas por AAS requer uma verificação detalhada de suas propriedades físico-químicas, especialmente a presença de elementos metálicos em concentrações relativamente pequenas. A análise de amostras sólidas depende de procedimentos de preparo que garantam a correta dissociação dos minerais e a extração dos analitos (elementos de interesse) (Skoog et al., 2014; Krug et al., 2006). Em particular, aberturas a partir de digestão ácida, em micro-ondas, vaso aberto ou fusão são utilizadas para dissociar componentes metálicos em dispersões, sejam elas líquidas ou sólidas, produzindo amostras bem solubilizadas e sem resíduos, tornando-se procedimentos importantes para uma análise instrumental de excelência. É importante destacar a utilização de padrões (soluções cuja concentração é conhecida) de qualidade, nas curvas de calibração, pois o uso deles são essenciais para garantir exatidão e precisão em análises quantitativas (Krug et al., 2006).

4. Princípio da técnica

A Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (AAS) é baseada no princípio da absorção de luz por átomos no estado gasoso (Skoog et al., 2014; Krug et al., 2006). A introdução de uma amostra líquida no nebulizador resulta em um aerossol fino que é transportado à chama, composta por ar-acetileno ou óxido nitroso-acetileno (dependendo do átomo a ser analisado) que otimiza a atomização dos elementos, assegurando uma correta absorção dos comprimentos de onda específicos dos metais presentes nas amostras geológicas (Krug et al., 2006). A radiação absorvida é proveniente de uma lâmpada de cátodo oco (HCL) ou uma lâmpada de descarga sem eletrodos (EDL). Pela lei de Lambert-Beer, A intensidade da radiação absorvida é diretamente proporcional à concentração do elemento na amostra ($A = \epsilon \cdot b \cdot c$). Posteriormente, é calculado a exatidão e precisão dos resultados, através de desvio padrão (SD) e desvio padrão relativo (RSD%). Embora a F AAS ofereça alta seletividade e precisão, ela possui limitações em elementos que requerem temperaturas mais elevadas para atomização e em concentrações muito baixas (Skoog et al., 2014; Krug et al., 2006), nesses casos, métodos alternativos como GFAAS, ICP-OES ou ICP-MS são recomendados.

5. Conclusão

A partir da revisão realizada, é possível afirmar a Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (F AAS) como uma técnica fundamental na análise de amostras geológicas, pois suas principais características oferecem uma boa quantificação de elementos metálicos em concentração em escala ppm. A rapidez e facilidade de uso, tornam-a amplamente aplicada em análises de rotina tanto em laboratórios de pesquisa, quanto industriais. Outras vantagens como a alta seletividade e a excelente precisão com baixa interferência, contribuem para sua popularidade e continuidade de uso, mesmo em um cenário com técnicas mais modernas e sensíveis que superam suas limitações. Essas qualidades consolidam a F AAS como uma ótima ferramenta no estudo geológico e ambiental, viabilizando o avanço das pesquisas em geociências. A compreensão detalhada de seus benefícios, dos processos de preparo de amostras e do uso de padrões de qualidade, maximizam a precisão e a exatidão dos resultados, mantendo ela como um método confiável e eficiente na análise química de materiais geológicos. Nesta etapa, o relatório não apresenta resultados experimentais por ser um estudo da literatura científica, os passos futuros é aplicar esse conhecimento teórico revisado em análises quantitativas de amostras com teores baixos na natureza, e comparar metodologias de quantificação de metais alcalinos como, por exemplo, emissão e absorção.

6. Agradecimentos

Agradeço ao CNPq pela bolsa concedida, ao CETEM pela infraestrutura, ao meu supervisor Dr. Arnaldo Alcover Neto e aos meus colegas da COAMI.

7. Referências

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; & CROUCH, S. R.. "Fundamentos de Química Analítica.". 8ª ed. São Paulo: Thomson, cap.28, p.796-823, 2014.

KRUG, F. J.; NÓBREGA, J. A.; OLIVEIRA, P. V. “*Espectrometria de Absorção Atômica: Parte 1. Fundamentos e atomização com chama.*”. São Paulo, 2006. Disponível em: <https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/5574429/mod_folder/content/0/2-Apostila%20AAS- Fundamentos%20Instrumenta%C3%A7%C3%A3o%20e%20Chama.pdf>. Acessado em: 23 de outubro de 2024.

AMORIM, F. A. C.; LOBO, I. P.; SANTOS, V. L. C. S.; FERREIRA, S. L. C.. “*Espectrometria de absorção atômica: o caminho para determinações multi-elementares.*”. Bahia, 2008. Disponível em: <scielo.br/j/qn/a/www65HYGJMp8T6SWg7DnBxM/format=pdf&lang=pt>. Acessado em 23 de outubro de 2024.