

ESTUDO DIRIGIDO / PROBLEMAS ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO E ABSORÇÃO ATÔMICA

1. Defina os termos utilizados na EAA:
 - Nebulização
 - Evaporação
 - Aerossol
 - Volatilização
 - Atomização
 - Excitação
 - Ionização
 - Raia de ressonância ou raia ressonante
 - FOT ou FLT
 - LD
2. Comente sobre as principais diferenças entre uma chama e o plasma.
3. Comente sobre a eficiência da chama e do plasma em excitar os átomos em fase gasosa. Comente sobre a ionização em uma chama e em um plasma.
4. Comente sobre os processos de atomização utilizados na EAA, chama e forno de grafite. Compare-os entre si em termos do estado físico da amostra, da quantidade necessária de amostra, da velocidade da análise e da eficiência do processo.
5. Cite duas técnicas usadas para a correção da absorção do background na EAA por chama.
6. Faça um esquema de atomização de um sal MX usando a chama. Nomeie as etapas do processo.
7. Faça um diagrama de blocos de um espectrômetro utilizado nas determinações por EAA por chama. Nomeie seus componentes e cite a função de cada um.
8. Faça um esquema de uma lâmpada de cátodo ôco e descreva seu funcionamento.
9. Justifique a presença do modulador entre a fonte e chama nos espectrofotômetros para EAA.
10. Quais são as espécies responsáveis pelos espectros de raias? E pelos espectros de bandas?
11. Por que as linhas emitidas pela fonte de cátodo oco são, geralmente, mais estreitas que as linhas emitidas pelos átomos na chama?
12. Descreva e compare os métodos de rotina e adição de padrão. Cite situações nas quais cada um deles deve ser aplicado. Cite vantagens e desvantagens do método de adição de padrão.
13. Qual o procedimento adotado para verificar a interferência pelo efeito de matriz?

14. Em uma determinação de Cu e Pb, por EAA, em uma amostra de óleo lubrificante usado, foram pesados 5,0000 g da amostra, dissolvidos em 2-metil-4-pentanona e transferidos para um balão volumétrico de 25,00 mL. A solução resultante foi aspirada em uma chama de ar-acetileno. A curva de calibração para estes elementos foi preparada através da adição de quantidades conhecidas destes metais ao óleo não utilizado e tratados da mesma maneira que a amostra. A tabela abaixo contém as informações sobre as concentrações dos metais na série de padrões, as respectivas medidas de absorvância a 283,3 nm (λ_{Pb}) e 324,7 nm (λ_{Cu}), e as absorvâncias relativas à amostra. Calcule os teores (% p/p e ppm) de Cu e Pb na amostra de óleo usado.

Concentração Pb/ mg.L ⁻¹	Abs x100	Concentração Cu/ mg.L ⁻¹	Abs x100
4,00	7,30	1,05	10,1
8,50	15,5	2,40	23,2
12,10	22,0	4,00	39,2
15,20	27,7	5,25	51,4
19,50	35,6	6,27	61,2
AMOSTRA	24,7	AMOSTRA	37,1

Resposta: Pb: $6,75 \times 10^{-3}$ % p/p = 67,5 ppm; Cu: $1,90 \times 10^{-3}$ % p/p = 19,0 ppm.

15. Uma determinação de Sb foi procedida através da dissolução de 0,0158 g de uma amostra e diluição a 50,00 mL. A partir dos dados, experimentais constantes na tabela abaixo, pede-se:
- Construa as curvas de Absorvância em função da concentração (mg.L⁻¹), em um mesmo sistema de eixos, para os métodos de rotina e adição de padrão.
 - Calcule o teor de Sb na amostra determinado pelos dois métodos.
 - Discuta se existe interferência de matriz nesta análise.

Balão	Volume final / mL	Volume de solução padrão (100 mg/L) de Sb / mL	Volume da amostra / mL	Abs x100
1	10,00	----	----	0
2	10,00	----	2,00	11,7
3	10,00	1,00	----	5,3
4	10,00	2,00	----	11,2
5	10,00	4,00	----	22,3
6	10,00	1,00	2,00	17,3
7	10,00	2,00	2,00	22,8
8	10,00	4,00	2,00	34,0

Resposta: 33,2% pela curva de adição e 33,5% pela curva de rotina.

16. Uma análise de sódio e potássio em leite de vaca por fotometria de chama foi conduzida da seguinte maneira: 20,00mL de leite foram misturados com 10,00 mL de ácido tricloroacético e levados para uma centrífuga para separar as proteínas coaguladas. 5,00 mL do sobrenadante foram diluídos a 200,0 mL para a análise de sódio e 2,00 mL do sobrenadante foram diluídos a 250,0mL para a análise de potássio. As curvas de rotina foram obtidas e os dados estão na tabela abaixo. Ambas as soluções padrão de sódio e potássio contém 100,0 mg/L do analito e todos balões utilizados foram de 100,0 mL. Determine a concentração de sódio e potássio no leite e, sabendo-se que os valores normais para um animal saudável é por volta de 500 mg/L e 1500 mg/L, respectivamente, comente se o leite é proveniente de um animal saudável.

V _{Na} / mL	[Na] / mg/L	Emissão / ua	V _K / mL	[K] / mg/L	Emissão / ua
0		0	0		0
2,00		198	2,00		127
5,00		495	5,00		349
8,00		776	8,00		558
10,00		993	10,00		701
amostra		810	amostra		549

Resposta: 493 mg/L de Na e 1474 mg/L de K. O animal é saudável quanto a este aspecto.