

# ASSORBIMENTO ATOMICO

## note sul funzionamento e l'utilizzo della strumentazione in dotazione al laboratorio di analisi

a cura di MARCO 4ACT, revisione prof. Salardi

1

I gas utilizzati dal sistema sono aria e acetilene; la pressione in ingresso è di circa 2.5 atm, il protossido d'azoto può essere utilizzato dallo strumento ma non è presente a scuola.

Il sistema è dotato di valvole di sicurezza che chiudono l'entrata di acetilene e aprono la piccola trappola interna contenente aria in pressione che fuoriuscendo spegne la fiamma in caso di emergenza.

Con questa strumentazione si possono fare analisi in emissione e in assorbanza di Na, K, Ca, Li, Fe, Ag, Mg... T=2300°C

Se lavoro in emissione non ho bisogno della lampada.

Alcuni elementi vengono analizzati con il fornello di grafite che raggiunge temperature più alte, o in fluorescenza (non in dotazione).

Usando il fornello di grafite si ha una maggiore saturazione di atomi nella zona di lettura e questo accentua la sensibilità, di contro però vengono amplificate anche le interferenze prodotte dalla matrice.

### Funzionamento della lampada:

Le lampade utilizzate sono lampade a catodo cavo. All'interno del catodo si trova lo stesso elemento che si dovrà determinare.

Il passaggio di corrente provoca una vaporizzazione degli atomi metallici che vengono eccitati con conseguente emissione di radiazioni caratteristiche di ogni elemento (spettro di emissione).

Lo spettro passerà quindi in un monocromatore che selezionerà la lunghezza d'onda richiesta.

n.b.: Le lampade vanno alimentate al 30-50 % dell'Amperaggio massimo scritto sulla lampada.

**ATTENZIONE**, Amperaggi troppo alti possono:

- Bruciare definitivamente la lampada.
- Consumarla più velocemente.
- Diminuire le prestazioni tramite un "fenomeno di auto-assorbimento", cioè, lo spettro che verrà emesso verrà a mancare proprio della radiazione richiesta.

Per montare/smontare una lampada, premere prima il pulsante retrostante l'attacco ed assicurarsi che tutti i supporti dentati in plastica bianca siano correttamente inseriti, evitando un eccessivo uso della forza. Le lampade con 4 supporti dentati sono in grado di essere riconosciute automaticamente dal sistema in base alla resistenza prodotta dal filamento (che è specifica per ogni metallo).

Le lampade si regolano tramite le due viti sottostanti al supporto.

Per l'allineamento utilizzare prima il "biglietto da visita" posizionandolo perpendicolarmente al bruciatore (A FIAMMA SPENTA) e allineando il fascio della lampada con l'apposito simbolo.

In basso si legge il "Gain", indice dell'amplificazione del segnale da parte del fotomoltiplicatore in base all'intensità del segnale ricevuto per mantenere i valori di ricezione ottimali.

Lo strumento contiene anche una lampada al deuterio che produce una radiazione policromatica con lunghezze d'onda che vanno da 160 a 480 nm, che serve come correttore di fondo. Essa serve per "eliminare" le interferenze della matrice (non è una vera eliminazione ma è un confronto

tra l'assorbimento della luce della lampada, che è causato dalla matrice e dal campione, e l'assorbimento della luce della lampada di fondo dato dalla sola matrice).

### Per accendere la fiamma:

- Un eccesso di illuminazione impedirebbe l'accensione della fiamma tramite un apposito sensore. Il problema non sussiste se la cappa di aspirazione sopra la fiamma è montata correttamente.
- Controllare che i rubinetti di acetilene e aria siano aperti e in pressione (accendere il compressore dell'aria e aprire le valvole lungo la linea).
- 3. Tenere premuto il tasto di accensione della fiamma assicurandosi che il computer sia acceso.

2

Ora è possibile aprire la protezione frontale per vedere la fiamma che deve essere azzurra, cioè ossidante, e non troppo alta; è possibile regolarla tramite l'apposita manopola.

La fiamma si spegne a fine campionamento (in automatico) o manualmente.

### Come faccio a far partire l'analisi?

1. Accendere il pc e aprire il programma.
2. Scegliere la Worksheet desiderata (o crearne una nuova)
3. Cliccare sulla linguetta del menù "sviluppa", "aggiungi metodi..." ed inserire gli elementi da voler analizzare e in che modo (fiamma, fornetto, idruri, Zeeman)
4. Aprire l'elemento di cui si vogliono impostare i parametri:
  - a. Lunghezza d'onda sul quale fare l'analisi.
  - b. Metodo d'analisi: PROMPT.
  - c. Tipo di analisi: MANUALE
  - d. Tempo di ritardo (delay) e Tempo d'analisi.
  - e. Amperaggio lampada (quello consigliato si basa su lampade Varian, quindi per marche diverse si rischia una sovralimentazione).
  - f. Concentrazione degli standard che verranno utilizzati in seguito per la taratura.
  - g. ...
5. Nel menù "Strumenti", "Seleziona", è possibile scegliere il metallo da analizzare in corrispondenza del campione.
6. Cliccare su "Ottimizza" e allineare manualmente la lampada da utilizzare cercando di massimizzare il valore che tende a 1 nella barra verde e cliccare "Ritara". Ripetere l'operazione finché non è più possibile aumentare tale valore. In basso è possibile leggere il Gain.
7. Controllare con il "biglietto da visita" l'allineamento del raggio che deve percorrere perpendicolarmente tutto il bruciatore. È possibile regolare l'angolazione del bruciatore.
8. Accendere la fiamma, e regolarla in modo da avere una fiamma azzurra a pettine.
9. Cliccare su "Run" e seguire la procedura guidata per la taratura dello strumento che chiederà di analizzare gli standard impostati, se non è già stato fatto precedentemente.
10. Il campione viene aspirato dal tubicino ad una velocità di circa 1-2 ml al minuto