

## Espectrometría de absorción atómica (AAS).

### Fundamentos de la espectrometría de absorción atómica (AAS)

La AAS se basa en la absorción de radiación por átomos o iones elementales. Existen dos zonas del espectro que proporcionan datos atómicos, pero las transiciones de energía originadas en AAS tienen lugar exclusivamente en la zona UV-V del espectro. Para obtener este espectro atómico, es necesario atomizar la muestra que generalmente se encuentra disuelta.

### Técnicas de atomización de muestras

#### ATOMIZACIÓN CON LLAMA.

Generalmente es el más utilizado, la muestra introducida en un nebulizador de tubo concéntrico por efecto venturi se une al gas oxidante mezclado con el gas combustible. La mezcla a alta velocidad se nebuliza y es transportada a una llama donde en primer lugar se evapora el disolvente produciendo un aerosol molecular, y posteriormente la mayoría de estas moléculas originan un gas atómico cuyos átomos así formados se ionizan dando



lugar a los cationes correspondientes. Debido a la naturaleza crítica de la etapa de atomización, es importante conocer con más detalle las características de las llamas. Hay que destacar que el empleo de aire como oxidante origina temperaturas de 1700 a 2400°C con diferentes combustibles. A estas temperaturas sólo las muestras que se descomponen fácilmente se atomizan. Para la mayoría de las muestras refractarias conteniendo Al, Si, V o Ti, se debe emplear oxígeno u óxido nítrico como oxidante, alcanzando en estos casos temperaturas entre 2500 y 3100°C con los combustibles habituales. Otro aspecto importante es la velocidad de combustión; Es necesario que el caudal y la velocidad de combustión se igualen para que la llama sea estable, por lo tanto es deseable poder variar tanto combustible como oxidante en un intervalo amplio para poder encontrar experimentalmente las condiciones óptimas de atomización. Por lo general combustible y oxidante se combinan aproximadamente en proporción estequiométrica. Sin embargo, en la determinación de metales que forman óxidos estables es conveniente una llama con exceso de combustible.

**ATOMIZACIÓN ELECTROTÉRMICA.** Los atomizadores electrotérmicos, proporcionan con respecto a los primeros una mayor sensibilidad para pequeños volúmenes de muestra, debido fundamentalmente a que la atomización tiene lugar en un periodo más corto de tiempo. En estos atomizadores la muestra se evapora en primer lugar a baja temperatura y posteriormente se calcina a una temperatura más alta en un tubo de grafito que está conectado eléctricamente por sus extremos y que soporta dos corrientes una externa y otra interna de un gas inerte como es el argón. La corriente externa previene la entrada de aire exterior, y la interna desaloja los vapores generados a partir de la matriz de la muestra durante las dos primeras etapas de calentamiento. Tras la calcinación, la corriente eléctrica se incrementa a varios cientos de amperios lo que eleva la temperatura a unos 2000 ó 3000°C.

## Otros elementos necesarios en AAS

La instrumentación de AAS contiene los siguientes elementos: **Fuente de radiación**, **zona de muestra (atomizador)**, **selector de longitud de onda (monocromador)** y un **detector** con procesador de señal y lectura.

**FUENTE DE RADIACIÓN:** Considerando que la alta selectividad de esta técnica se debe a la estrechez de sus líneas espectrales, la fuente de radiación serán lámparas de cátodo hueco y lámparas de descarga sin electrodos. Estas lámparas cuyos cátodos están construido con el metal cuyo espectro se desea determinar, al aplicar un potencial ionizante al gas inerte originando cationes gaseosos los cuales adquieren energía cinética suficiente como para arrancar átomos metálicos de la superficie del cátodo, estos átomos al volver de su estado excitado al fundamental, emiten radiación de longitud de onda característica de dicho metal.

**MONOCROMADOR:** Es un instrumento necesario para eliminar las interferencias producidas por la emisión de la radiación en la llama. Sin embargo, la radiación emitida correspondiente a la longitud de onda seleccionada por el monocromador está inevitablemente presente en la llama, por lo que hay que eliminarla. Con el fin de eliminar los efectos de la emisión de llama, se modula la salida de la fuente, de este modo el detector recibe dos señales, una de la fuente y otra de la llama.

## Gases combustibles y oxidantes

Abelló Linde, recomienda la calidad de los siguientes gases para AAS:

### COMBUSTIBLE

Acetileno 2.6 Absorción Atómica	
N <sub>2</sub>	≤ 3.000 ppm
PH <sub>3</sub>	≤ 1 ppm
H <sub>2</sub> S	≤ 1 ppm

### OXIDANTES

	Aire sintético laboratorio	Óxido nitroso laboratorio
CO	-	≤ 1 ppm
CO <sub>2</sub>	-	≤ 10 ppm
C <sub>n</sub> H <sub>m</sub>	≤ 5 ppm	-
H <sub>2</sub> O	≤ 5 ppm	≤ 10 ppm

El acetileno al estar disuelto en acetona puede provocar errores en la medida de elementos cuya sensibilidad dependa de la composición del combustible y del oxidante. Por este motivo se recomienda dejar de usar el acetileno a una presión residual de 6-7 bar.