

CUIDADOS BÁSICOS COM FOTÔMETRO DE CHAMA

Vicente Real Junior
Luiz Francisco M. Ferraz
Ladislau Marcelino Rabello



Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

Centro Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento de Instrumentação Agropecuária

Ministério da Agricultura e do Abastecimento

Rua XV de Novembro, 1452 - Caixa Postal 741 - CEP 13560-970 - São Carlos - SP

Telefone: (016) 274 2477 - Fax: (016) 272 5958

CUIDADOS BÁSICOS COM FOTÔMETRO DE CHAMA

Vicente Real Júnior
Luiz Francisco M. Ferraz
Ladislau Marcelino Rabello

A fotometria de chama é uma técnica de medida da concentração de um determinado produto químico, alcalino e alcalino terroso, quando este é introduzido em uma chama na forma de aerossol. A chama é uma forma de excitação dos átomos, que produz espectros característicos através do aparecimento de bandas oriundas da excitação de óxidos. Devido à simplicidade da formação dos espectros através da chama, o próprio princípio de fotometria de chama facilita a construção de instrumentos com aplicação de métodos nas análises quantitativas.

Chama, fonte excitadora

A função da chama, que é o ponto mais crítico, devido a ser muito bem controlada, é de converter os constituintes da amostra líquida em estado gasoso, decompondo estes em átomos ou moléculas mais simples e excitar eletronicamente uma fração das espécies atômicas ou moleculares resultantes. A chama deve produzir uma temperatura suficientemente alta para poder desempenhar satisfatoriamente essas funções, por outro lado não deve interferir com a radiação a ser observada.

¹Técnico Eletrônico, Embrapa Instrumentação Agropecuária, Caixa Postal: 741, 13560-970, São Carlos, SP.

²Engenheiro Elétrico, Embrapa Instrumentação Agropecuária, Caixa Postal: 741, 13560-970, São Carlos, SP.

³Engenheiro Eletrônico MSc, Embrapa Instrumentação Agropecuária, Caixa Postal: 741, 13560-970, São Carlos, SP.

Instrumentos

Em escala comercial, existe grande quantidade de fotômetros de chama, todos eles são equipados com uma série de componentes básicos em comum, os quais escrevemos abaixo:

a) Sistema de aspiração da amostra e entrada de gases

O ar comprimido é um dos oxidantes mais comumente utilizados na fotometria de chama e é, geralmente, fornecido por um compressor de pequeno porte, uma vez que a pressão necessária não é elevada (entre 10 e 30 lb/pol²). Deve passar por um sistema de secagem, ou seja, frasco contendo silicagel ou filtros desumidificadores, para que a umidade do ar atmosférico não prejudique a leitura. É importante ressaltar que a silicagel deve estar sempre seca, com cor azul. Quando estiver saturada de umidade, com cor rosa, deve-se secá-la em estufa a, aproximadamente, 105°C, até que retome a cor azul.

A maior parte dos aparelhos de emissão de chama, destinados a análises de rotinas em determinação de Na, K, Li e Ca (sódio, potássio, lítio e cálcio), utiliza como combustível o gás liquefeito de petróleo (GLP), fornecido em botijões de fácil reposição, observando apenas se não há vazamentos, com auxílio de espuma, em suas conexões; ou registros. Quando o gás está se esgotando, o resíduo final do botijão provoca oscilações no fluxo com conseqüente instabilidade da chama. Nesse caso troque o botijão.

Vários modelos de fotômetros de chama possuem um circuito interno de proteção para evitar vazamento de gás, por meio de uma válvula solenóide para obstruir ou liberar a passagem do gás. Pode-se verificar o funcionamento desse sistema de proteção, observando se a válvula fecha quando a chama apaga, provocando a obstrução da passagem do gás.

b) Nebulizador, câmara de mistura e queimador

Existem vários tipos de sistemas de atomização, entretanto, será descrito aqui apenas o conjunto atomizador, que compreende: um nebulizador, câmara de mistura e queimador, conforme pode ser visto na figura 1.

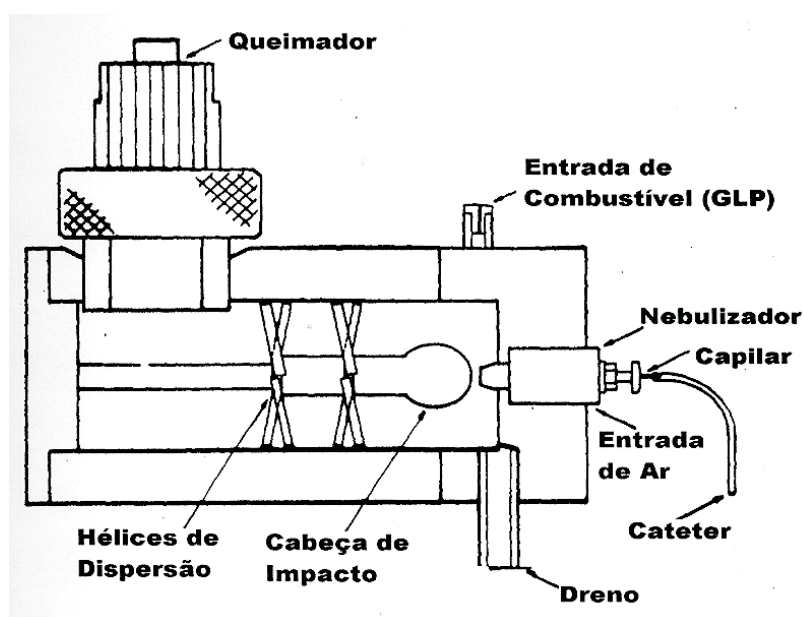


Figura 1: Nebulizador, câmara de mistura e queimador.

O gás combustível é introduzido no sistema de atomização pelo catéter e misturado com o ar comprimido que carrega consigo, em forma de aerossol, a solução - amostra a ser analisada. Antes de entrar no queimador, o gás combustível (GLP) e oxidante (ar) são misturados na câmara de mistura.

O bom funcionamento do sistema de atomização garantirá resultados precisos das análises, portanto existem alguns cuidados a serem observados, são eles:

Antes de acender a chama, verificar se a água deionizada

que está sendo aspirada pelo cateter já esta pingando no recipiente do dreno. Enquanto isto não acontece, é inútil tentar acender a chama, pois parte do gás sairá pelo dreno. Em conseqüência, não haverá concentração de gás suficiente no queimador para haver ignição da chama.

- Aguardar que o gás chegue ao queimador. Logo que o aparelho é ligado, o gás leva um certo tempo até atingir o queimador. Enquanto isto não ocorrer, não será possível acender a chama. Uma forma de saber se já esta chegando gás ao queimador é cheirar o ar na borda da chaminé. *CUIDADO* não aperte o botão de ignição enquanto estiver cheirando a chaminé. O gás pode se inflamar e a chama inicial pode queimar o rosto.

- Verificar a posição do queimador. A parte cônica deve ficar para baixo, garantindo um fluxo perfeito da mistura até a chama.

- Se a amostra não estiver sendo aspirada, o cateter pode estar entupido. Limpe-o introduzindo em seu interior um fio fino de aço ou equivalente.

- Após muitas amostragens, o nebulizador acumula resíduos de elementos que podem influir na leitura. Então deixe o aparelho aspirar água deionizada por algum tempo. Se isso não resolver, faça o aparelho aspirar detergente (hipoclorito de sódio **70%**). Em alguns casos, quando o sistema de atomização está realmente sujo, recomenda-se que o sistema seja desmontado (soltar os parafusos frontais e o parafuso de fixação das hélices que fica normalmente na parte traseira da câmara de mistura); e os seus componentes sejam bem lavados em água corrente com detergente neutro e depois enxaguado com água destilada morna em abundância.

- Se a chama estiver mal regulada, regule-a através da válvula de controle de fluxo de gás até obter uma chama em forma de cones pequenos de coloração azul clara.

- O aparelho pode estar sendo utilizado com uma concentração mais alta do que aquela para a qual foi projetado. Neste caso e necessário diluir a amostra.

c) Ignição

A agulha de disparo, localizada acima do queimador conduzirá a faísca até o topo do queimador provocando o acendimento da chama. Entretanto, a agulha não deve ficar exatamente acima do queimador, pois a chama a queimará, e também não pode ficar muito próxima à chaminé, porque a faísca pode ocorrer entre a agulha e o corpo da chaminé. Deve-se tomar cuidado com o cabo normalmente conectado à agulha de disparo pela parte traseira do equipamento. Este cabo fica energizado com aproximadamente 25.000 Volts, enquanto o botão de ignição está pressionado.

d) Filtros óticos, detectores, circuito amplificador e indicador

Os filtros óticos, são construídos de forma a possibilitar que chegue ao detetor apenas a radiação correspondente ao elemento desejado. Os detetores são dispositivos eletrônicos sensitivos a luz, pois transformam a energia luminosa recebida em sinal elétrico. O circuito amplificador trabalha o sinal proveniente dos detetores e leva ao indicador que apresentará a leitura ao usuário. Problemas que possam ocorrer nestes componentes requerem manutenção especializada e será tratado em comunicado futuro.

Linearidade

Quando a amostra a ser analisada esta muito concentrada, além da faixa linear, a solução deve ser diluída para que sua concentração esteja dentro da faixa de linearidade do método, como pode ser observado na figura 2.

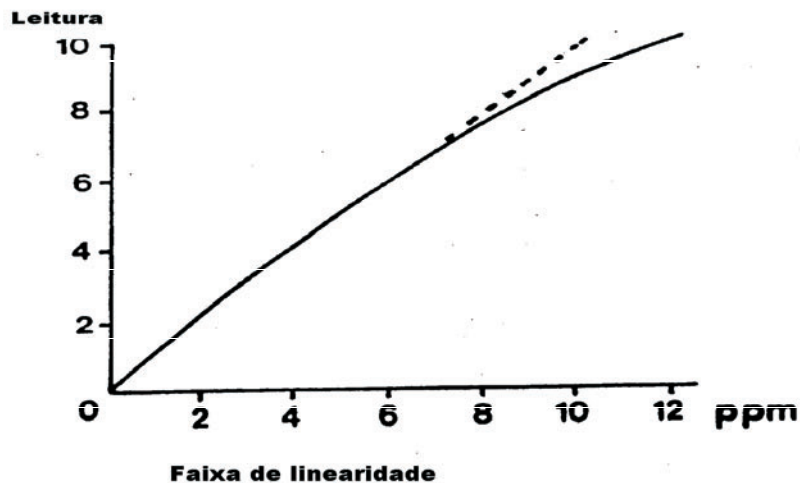


Figura 2: Faixa de linearidade.

Observações Finais

Certos cuidados e detalhes devem ser observados para o perfeito funcionamento desse sistema, tais como:

- Acúmulo de sujeira na câmara de mistura, obstruindo a passagem da amostra provocam oscilações na medida.
- Obstrução do cateter, ou capilar, impede a entrada da amostra;
- Deterioração dos filtros óticos e foto - detetores, causa perda da sensibilidade ou a não leitura;
- Oscilações na rede elétrica ocasionam variações na leitura.
- Equipamento conectado em tensão inadequada, poderá levar a danos na fonte de alimentação.
- Válvulas de ar e/ou gás travadas, não permitem o correto ajuste da chama.