

PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO Espectrômetro de Absorção Atômica AA240FS

Ligar o equipamento de EAA

- 1 – Ligar o computador
- 2 – Ligar o espectrômetro (botão ON/OFF abaixo do código AA240FS)

Preparação para análise

- 1 – Abrir o *Software SpectrAA* na *desktop*
- 2 – Clicar em “*Worksheet*”. Clicar em “*New*”. Selecionar a pasta de acordo com o ano\professor\aluno. Escrever o nome do operador do equipamento (*Analyst*). Escolher o número de amostras (*Samples*) a serem analisadas. Clicar em “*OK*”.
- 3 – Na guia “*Develop*”, clicar em “*Add Methods*” para adicionar o elemento de interesse. Selecionar o tipo de método “*Flame*” para realizar as análises no modo **chama**. Clicar no elemento apresentado como resultado da busca. Clicar em “*OK*”.
- 4 – Clicar em “*Edit Methods*” para editar o método gerado para cada elemento.
 - 4.1 – Na guia “*Type/Mode*”, selecionar o modo de amostragem *Manual* na sessão “*Sampling Mode*”.
 - 4.2 – Na guia “*Measurement*”, definir o modo de medida como “*Integration*” na sessão “*Measurement Mode*”. Na sessão “*Time(s)*”, definir o tempo de medida (*Measurement*) como **5.0** e o tempo de atraso para a leitura (*Read Delay*) como **5**. Definir o número de replicatas para os padrões (*Standards: no mínimo 5*) e amostras (*Samples: no mínimo 3*).
 - 4.3 – Na guia “*Optical*”, definir a posição (1 – 4) e a corrente (impressa na lâmpada como “*Recommended current*”) da lâmpada de catodo oco (*HC Lamp*). Na sessão “*Monochromator*”, definir o comprimento de onda indicado no *cookbook* como a linha de maior intensidade.
 - 4.4 – Na guia “*Standards*”, definir a concentração de cada ponto da curva de calibração e aumentar em 10% o “*Upper Valid Concentration*”.
 - 4.5 – Na guia “*Calibration*”, definir o Algoritmo de Calibração como **Linear**. Clicar em “*OK*”.
- 5 – Na guia “*Labels*”, definir rótulos para as amostras.

6 – Na guia “*Analysis*”, clicar no botão “*Optimize*”. Selecione o metal a ser analisado. Clicar em “*OK*”.

6.1 – Escolher o queimador adequado para a análise de acordo com a mistura dos gases oxidante/combustível. **(1)** Queimador de Ar/C₂H₂ ou **(2)** Queimador de N₂O/Ar-C₂H₂. Obs.: Não utilizar o Queimador Ar/C₂H₂ para análises que possuem o óxido nitroso como gás oxidante; as altas temperaturas da chama pode danificar o queimador.

6.1 – Clicar em “*Optimize Lamps*”. Sempre que o sinal exceder a 1.000 unidade de absorvância, clicar em “*Rescale*”. **(A)** Se necessário, fazer o alinhamento da lâmpada girando os dois botões pretos alocados na parte traseira do suporte da lâmpada. **(B)** Se necessário, fazer o alinhamento do queimador utilizando as duas hastes acopladas a ele e/ou girando os botões que movimentam o queimador nas direções vertical ou horizontal.

6.2 – Clicar em “*Optimize Signal*”. Clicar em “*Inst. Zero*”.

6.3 – Abrir as linhas de gases que serão utilizadas. Atenção! As válvulas de controle de pressão das linhas já estão ajustadas. Abra apenas a válvula do cilindro e a pequena válvula abaixo da válvula interna de controle de pressão.

6.4 – Ligar o exaustor. Acender o queimador e verificar o sinal de 0.2 unidades de absorvância pela leitura da solução padrão específica para cada metal em comprimento de onda específico. Se o sinal for diferente de 0.2, utilizar o alinhamento vertical e horizontal do queimador para alcançar este valor de absorvância. Quando o sinal for otimizado para 0.2, clicar em “*OK*”.

7 – Clicar no botão “*Select*” para selecionar (cor marrom) as amostras que serão analisadas quando o método for iniciado.

Procedimento de análises

1 – Clicar em “*Start*”; proceder cuidadosamente com a **amostragem manual** do branco, dos padrões e das amostras, de acordo com a solução requisitada na janela de aviso.

2 – Clicar “*Read*”, na janela de aviso, após a inserção do tubo de sucção em cada recipiente que contém a solução e que será pulverizada e analisada de acordo com o método preestabelecido.

Exportar dados

1 – Clicar no menu “*Window*”, “*Reports*”. Quando for aberta a janela “*Reports*”, selecionar a “*Worksheet*” contendo os resultados que gostaria de incluir no relatório. Na guia “*Select*”, selecione o método de interesse que foram executados. Na guia “*Settings*”, escolha o estilo do relatório e os dados que julgar necessários. Na guia “*Report*”, escolha o formato de arquivo do relatório; clicar em “*Print Report*” para gerar um relatório em .pdf (selecionar a impressora Cute PDF) ou impresso ou; clicar em “*Write to Text File*” para gerar um relatório no formato .txt. Depois de exportar os arquivos, clicar em “*Close*”.

Desligar o equipamento de EAA

- 1 – Clicar no menu “*File*”, “*Close*” para fechar cada *Worksheet*.
- 2 – Clicar em “*File*”, “*Exit*” para encerrar o *software* SpectrAA.
- 3 – Desligar o computador.
- 4 – Desligar o espectrômetro (botão ON/OFF).
- 5 – Desligar o exaustor.
- 6 – Fechar as linhas de gás utilizadas: válvulas pequenas, válvulas dos cilindros e válvula do compressor de ar.