

DETERMINAREA CONCENTRAȚIILOR DE METALE GRELE ÎN PROBELE DE VIN

Autor: **Ana AZAROV**
Coordonator științific: **Ion SOBOR**

Universitatea Tehnică a Moldovei

Rezumat

Un subiect la ordinea zilei pentru enologia modernă este prezența în vinuri a metalelor contaminante, mai ales a metalelor grele cum ar fi Zn, Cu, As, Cd etc. Spectrofotometria cu absorbție atomică reprezintă metoda adecvată pentru determinarea concentrației de metale din vinuri. În metoda spectrofotometrică se măsoară valoarea absolută a absorbției folosind aparate numite spectrofotometre. Spectrofotometria cu absorbție atomică se bazează pe determinarea concentrației unui element chimic din proba ce se analizează prin măsurarea absorbției unei radiații electromagnetice cu lungime de undă specifică pentru elementul dat. Spectrofotometria cu absorbție atomică se caracterizează prin rapiditate și simplitate în execuție, deoarece deasupra flăcării se proiectează numai radiațiile care pot fi absorbite de un tip de atomi și o mare sensibilitate, limitele de detecție ale acestor metode fiind destul de ridicate.

Cuvinte cheie: concentrație, absorbție atomică, spectrofotometru, radiație de rezonanță, nor atomic, lungime de undă.

1. Introducere

Astăzi există un interes foarte mare pentru identificarea diverselor surse care conduc la prezența metalelor în vin, urmărindu-se reducerea conținutului de aceste metale prin folosirea diverselor tratamente permise de legislația în vigoare. Spectroscopia cu absorbție atomică reprezintă metoda adecvată pentru determinarea unui mare număr de metale din vinuri. Absorbția atomică cu flacără este aplicată în analize de rutină pentru determinarea K, Na, Ca, Cu, Fe, Zn. În ultimii ani s-au reușit progrese remarcabile în perfecționarea metodei absorbției atomice, care este aplicată tot mai des la determinarea unor elemente prezente în vinuri în concentrații foarte reduse, cum este cazul Cu, Cd, As. Spectrometria cu absorbție atomică poate fi definită ca o metodă pentru determinarea concentrației unui element dintr-o probă prin măsurarea absorbției radiației în norul atomic produși de proba la o lungime de undă specifică și caracteristică elementului de studiat. Obținerea unei populații de atomi liberi este una din principalele funcții ale aparatelor cu absorbție atomică. Realizarea ei se poate face prin analiza probei de studiat în flacără sau electrotermic în cuptorul de grafit. În lucrarea dată se va analiza precedul de studiere a probei în flacără cu spectrofotometru cu absorbție atomică *Selmi C-115M1*.

2. Principiul metodei cu absorbție atomică cu flacără

Flacăra, ca sursă spectrală, are o capacitate extrem de mică de a excita atomii. Din această cauză, numărul atomilor excitați sau ionizați este neglijabil, aproape toți atomii vaporizați în flacără aflându-se în stare fundamentală [2].

Ca principiu, atomii în stare de vapori în flacără pot fi excitați cu o radiație externă, producând asupra flăcării un fascicul de radiații de diferite frecvențe, printre care și frecvența de rezonanță, caracteristică elementului analizat. În aceste condiții, fiecare element absoarbe selectiv propria sa radiație de rezonanță și, ca urmare, intensitatea acesteia se diminuează după trecerea prin flacără. Absorbția radiației de rezonanță (autoabsorbția) este proporțională cu numărul atomilor în stare fundamentală aflați în flacără, număr direct proporțional cu concentrația substanței în soluția analizată. Totodată, absorbția atomilor depinde de grosimea stratului absorbant și nu depinde de temperatura flăcării.

Trecând prin norul atomic, radiația de rezonanță este absorbită de atomii unui anumit element după o lege analogică legii lui Bugher pentru absorbția atomică:

$$I_p = I_{0p} * 10^{-klc} \quad (1)$$

I_{0p} – intensitatea fascicului de rezonanță la intrarea în norul atomic al probei analizate;

I_p – intensitatea radiației de rezonanță la intrare;

l – lungimea stratului absorbit;

c – concentrația elementului în probă;

k – coeficientul dependent de de constanta fizică a elementului, de parametrii constructive ai dispozitivului, tipul atomizatorului;

După analogia absorbției moleculare exponentul din formula de mai sus este numit - *densitatea norului atomic*:

$$D_\lambda = -klc \quad (2)$$

În metoda de absorbție atomică cu flacără, se aspiră un eșantion într-o flacără folosind un Nebulizer. Flacăra este aliniată într-un fascicul de lumină de lungime de undă corespunzătoare. Flacăra (energie termică) face ca să se supună unui atom de tranziție de la starea de bază la prima stare excitată. În cazul în care atomii realizează tranziția lor, ei absorb o parte din lumina. Cu cât soluția este mai concentrată, cu atât mai multă energie va fi absorbită [1].

3. Spectrofotometru cu absorbție atomică Selmi C-115M1

Componentele principale ale spectrofotometru Selmi C-115M1 (fig.1):

- 1) sursă de radiație specifică anumitor elemente (lampă cu catod gol sau fără electrod);
- 2) compartimentul pentru probă, cu unitate atomizatoare (cuptor de grafit);
- 3) monocromator;
- 4) fotodetector;
- 5) computer pentru acționarea echipamentului și analiza datelor.

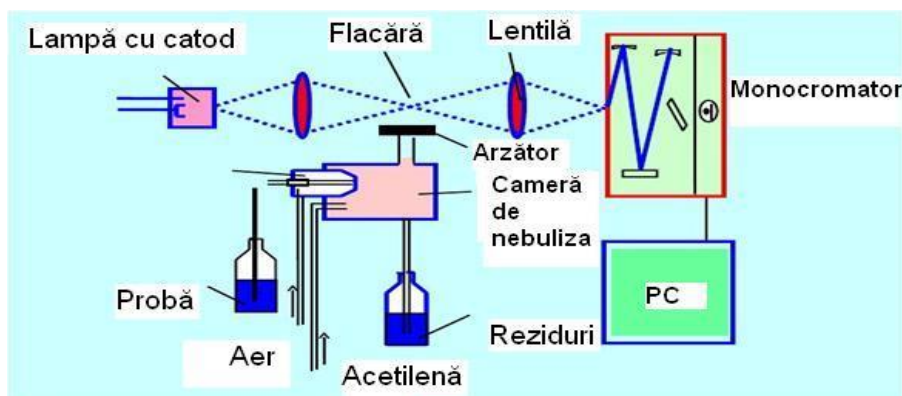


Figura 1. Schema spectrofotometrului cu absorbție atomică.

Fascicul de lumină este generat de o lampă care este specifică pentru un metal țintă. Lampa trebuie să fie perfect aliniată, astfel că raza traversează cea mai fierbinte parte a flăcării și trece în detector. Detectorul măsoară intensitatea fascicului de lumină. Atunci când o parte din lumina este absorbită de un metal, intensitatea fascicului este redusă. Detectorul înregistrează acea reducere ca o absorbție. Acea absorbție este afișată de un sistem de citire a datelor. Așa cum indică figura 2, există patru părți primare în sistem - sursă de lumină, arzător cu flacără, detector și sistemul de date. Putem găsi concentrațiile de metale într-o probă care rulează o serie de standarde de calibrare prin intermediul instrumentului. Instrumentul va înregistra absorbția generată de o concentrație dată. Prin trasarea de absorbții comparative cu concentrații ale standardelor, o curbă de calibrare poate fi reprezentată grafic. Ne putem uita apoi la absorbție pentru o

soluție de probă și de a folosi curbele de calibrare pentru a determina concentrația în soluție [4].



Figura 2. Diagrama schematică a absorbției atomice cu flacără

4. Modul de lucru cu spectrofotometru cu absorbție atomică *Selmi C-115MI* cuprinde următoarele etape [4]:

4.1. Reglarea aparatului

- 4.1.1. Se instalează o lampă cu catod cavită pentru elementul dorit în aparat și se setează lungimea de undă la setarea adecvată pentru element (Zn–213,9 nm, Cu–324,7 nm).
- 4.1.2. Se setează lățimea fantei în funcție de valoarea sugerată de producător pentru elementul care urmează a fi determinat.
- 4.1.3. Se pornește instrumentul și se ajustează lampa la nivelul sugerat de producător.
- 4.1.4. Se lasă aparatul să se încălzească, 10-20 minute, și se reajustează curentul dacă este necesar.
- 4.1.5. Se ajustează lungimea de undă, până când este obținut câștigul optim de energie.
- 4.1.6. Se aliniaza lampa, în conformitate cu instrucțiunile din manualul de operare.
- 4.1.7. Se instalează capul adecvat arzătorului și se ajustează poziția sa.
- 4.1.8. Se realizează admisia de aer. Se reglează debitul la debitul recomandat astfel încât să acorde sensibilitate maximă pentru metalul care trebuie măsurat.
- 4.1.9. Se pornește admisia de acetilenă. Se reglează debitul recomandat, se aprinde și se așteaptă câteva minute ca flacăra să se stabilizeze.
- 4.1.10. Se aspiră apă distilată.
- 4.1.11. Se reglează aparatul.
- 4.1.12. Se aspiră o soluție standard. Se ajustează debitul de aspirație. Se ajustează arzătorul orizontal și vertical, pentru a obține un răspuns maxim.

4.2. Pregătirea curbei de calibrare

- 4.2.1. Se selectează patru concentrații din fiecare soluție standard (cu concentrația de 0.2 mg/l, 0.5 mg/l, 1.0 mg/l, 1.5 mg/l).
- 4.2.2. Se aspiră apă distilată și se reglează aparatul.
- 4.2.3. Se aspiră din fiecare probă standardizată cu concentrațiile menționate în punctul 4.2.1 și se înregistrează absorbanta acestora, precum și eroarea de măsurare (Tabelul 1).
- 4.2.4. Se realizează curba de calibrare prin trasarea graficului de calibrare care conține cele patru puncte ale concentrațiilor soluțiilor standard.

Tabelul 1

No	Densitatea optică	Eroare, %	Standardele
0	-0.19	0.00	0.0000
1	18.82	1.83	0.2000
2	44.25	5.15	0.5000
3	86.42	1.53	1.0000
4	130.85	0.30	1.5000

4.3. Analiza probelor

- 4.3.1. Se clătește nebulizatorul prin aspirare cu apă distilată.
- 4.3.2. Se atomizează o probă și se determină absorbția ei.
- 4.3.3. Se schimbă lampa și se repetă procedura pentru fiecare element.

5. Pezentarea rezultatelor măsurărilor efectuate cu spectrofotometru cu absorbție atomică *Selmi C-115M1*, pentru elementul Cu (Tabelul 2):

Tabelul 2

№ п/п	Codul probei	Concentr. în soluție, mg/l	Densitatea optică, mB	Volumul probei, ml	Concen. în probă, mg/l	Eroarea de măsurare, %
1.1		0.1639	14.84	1.00		
1.2		0.1768	15.96	1.00		
1	3470.71	0.1703	15.40	1.00	0.1703	5.14
2.1		0.3646	32.22	1.00		
2.2		0.3692	32.62	1.00		
2	3472	0.3669	32.42	1.00	0.3669	0.87
3.1		0.5379	47.23	1.00		
3.2		0.5347	46.95	1.00		
3	3481c	0.5363	47.09	1.00	0.5363	0.42
4.1		0.3503	30.98	1.00		
4.2		0.3636	32.13	1.00		
4	3485c	0.3569	31.55	1.00	0.3569	2.58

În baza rezultatelor obținute putem stabili că concentrația de Cu în probele studiate este mai mică de 1 mg/l, aflându-se în limita admisibilă [3].

Concluzie: Studiul care l-am făcut asupra spectrofotometrului cu absorbție atomică mi-a dat posibilitatea să-mi largesc cunoștințele asupra metodologiei de măsurare. Absorbția atomică a devenit una din cele mai utilizate tehnici de analiză fiind caracterizată prin sensibilitate, simplitate și exactitate.

Bibliografie:

1. Indicațiile metodice din laboratorul „Absorbție atomică” a Î.S. CNVCPA.
2. <http://www.referate-x.com/referat-metalele-din-vinuri-r990.html>
3. Procedura generală. Certificarea produselor alcoolice. PG01-OC.
4. C-115M1 Инструкция по работе.