



UNIUNEA EUROPEANĂ



GUVERNUL ROMÂNIEI



Instrumente Structurale
2007-2013

**Programul Operational Sectorial
"Creșterea Competitivității Economice"
co-finantat prin
Fondul European de Dezvoltare Regională
"Investiții pentru viitorul dumneavoastră"**

**INFRASTRUCTURA MULTISITE PENTRU
CREȘTEREA CAPACITĂȚII DE CERCETARE ȘI INOVARE
ÎN DOMENIUL OPTOELECTRONICII ȘI INSTRUMENTATIEI ANALITICE
INOVA-OPTIMA**

Spectrometru de Absorbție Atomică cu Flacără și Cuptor de Grafit

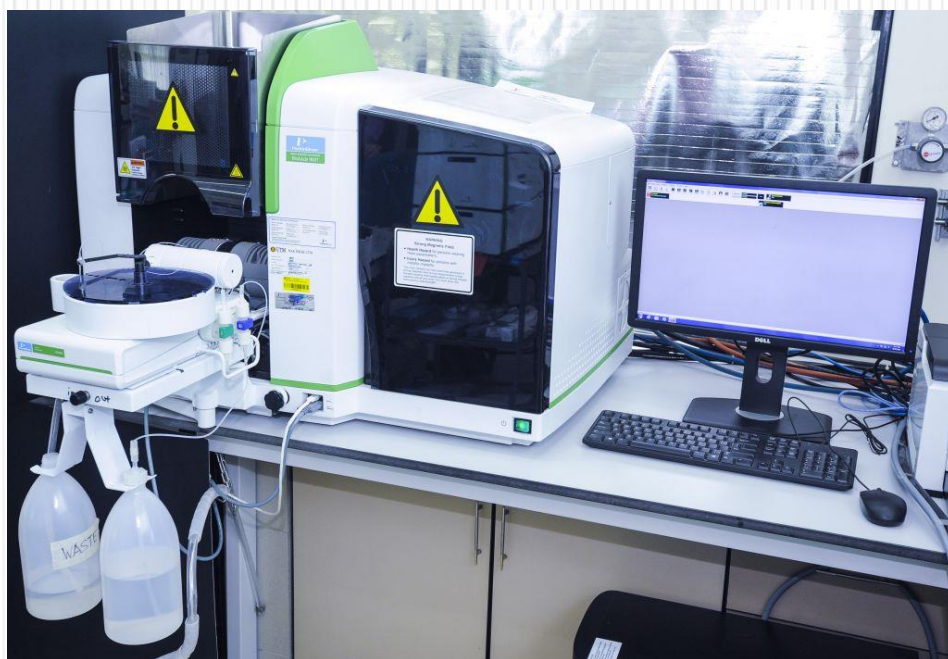
Dr. Marin Senila

INCDO-INOE2000, Filiala ICIA Cluj-Napoca

Date de identificare

- PROGRAMUL OPERAȚIONAL
SECTORIAL “CREȘTEREA
COMPETITIVITĂȚII ECONOMICE”,
POSCCE Axa II
- Operațiunea: O2.2.1-2013
- ID nr.1887
- Cod SMIS-CSNR: 49164
- Perioada de derulare: 2014-2015

Spectrometru de Absorbție Atomică cu Flacară și Cuptor de Grafit Perkin Elmer model PinAAcle 900T



**Utilizări pentru
Analiza Probelor
Alimentare**



Tehnici analitice care pot fi utilizate pentru determinarea metalelor în alimente

Spectrometrie optică

- Spectrometrie de Absorbție Atomică în Flacără (FAAS)
- Spectrometrie de Absorbție Atomică în Cuptor de grafit (GFAAS)
- Spectrometrie de Emisie Optică în Plasma Cuplată Inductiv (ICP-OES)
- Spectrometrie de fluorescență atomică (AFS)

Spectrometrie de masă

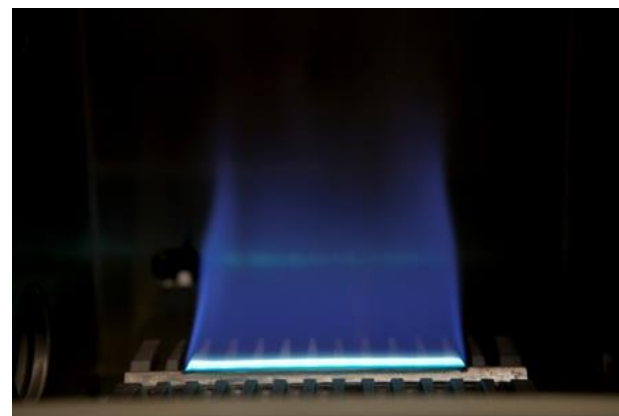
- Spectrometrie de Masă cu Plasmă Cuplată Inductiv (ICP-MS)

Utilizarea Spetrometriei de Absorbție Atomică pentru analiza alimentelor

- **Tehnica AAS în Flacără (FAAS)** – utilizată pentru determinarea concentrațiilor mai ridicate de metale (ordinul zecimi până la zeci de mg/L)
- **Tehnica AAS cu evaporare electrotermică (ETAAS)** sau **AAS cu cuptor de grafit (GFAAS)** – utilizată pentru determinarea concentrațiilor de metale la nivel de urme și ultra-urme (ordinul zeci de ng/L până la zeci de µg/L)

AAS în Flacără

- Proba lichida este aspirată într-un nebulizator (4-7 ml/min) iar aerosolul format este introdus în flacără, unde are loc desolvatarea, evaporarea și atomizarea analitului
- Este măsurat semnalul de absorbanță
- **Tipuri de flacără utilizate în AAS**
 - flacără aer-acetilenă ($t = 2000-2300\text{ C}$) utilizată pentru analiza elementelor ușor atomizabile (metale alcaline, Mg, Ca, Zn, Cu, Cd, Pb, Mn, Fe, Cr)
 - flacără oxizi de azot – acetilenă ($t = 2800-3000\text{ C}$) utilizată pentru elemente greu atomizabile (Sr, Ba, V, Mo, Al, Si, B, etc.) sau pentru analiza altor elemente (Ca, Mg, Fe) în matrici dificile (conținând fosfați, silicați).



Factori care afectează sensibilitatea analizei prin FAAS

- Selectarea liniei analitice (ex. linia Cu la 324,7 nm este de aprox. 350 mai ori mai sensibilă decât linia de la 244,2 nm)
- Curentul aplicat pe lampă
- Eficiența cu care este format aerosolul (tipul de nebulizator, viscozitatea și tensiunea superficială a soluției ce conține analitul)
- Lungimea zonei de atomizare (lungimea arzătorului)
- Înălțimea de observare (dată de poziționarea verticală a arzătorului)
- Eficiența de atomizare (data de efectul temperaturii)
- Ionizarea analitului (ionii formați prin pierderea electronilor de către atomi nu absorb radiația la linia de absorbție setată – este influențat de temperatura flăcării)

AAS în Cuptor de Grafit

- Un volum de probă de 10-50 uL este injectat într-un atomizor
- Proba este tratată termic și atomizată (durata unui ciclu de măsurare este de 1 - 3 minute)
- Se măsoară absorbanta analitului pe durata etapei de atomizare (sunt înregistrate picul de absorbantă totală și picul semnalului de fond)
- Metoda este cu 2-3 ordine de mărime mai sensibilă decât FAAS
- Atomizorul utilizat este un tub de grafit (lungime 20-25 mm, diametru 3-4 mm prevăzut cu un orificiu pentru introducerea probei), încălzit electric, spălat de un flux de gaz inert



Etapele unui ciclu de măsurare in GFAAS

- **Injectia** probei (și a modifierului de matrice) pe platforma tubușorului
- **Uscarea** – evaporarea solventului la o temperatura puțin deasupra temperaturii de fierbere a solventului (soluțiile in HNO_3 dil. sunt evaporate la 120 C); durata uscării depinde de volumul probei (1-2 s/ μL) – gazul inert curge prin tub
- **Piroliza** – descompunerea termică la temperaturi mai ridicate (300-1200 C) – descompunerea termică a matricii probei la produși gazoși (ex. oxizi de azot) preluați de către gazul inert; Durata pirolizei : 10 sec.
- **Atomizarea** – încălzirea rapidă la temperaturi ridicate (1400 – 2700 C) – evaporarea analitului, descompunerea moleculelor în atomi. Sunt înregistrate semnalele de absorbantă total și al fondului (3-5 sec). În această etapă fluxul de gaz inert este oprit.
- **Curățarea** – încălzirea la temperaturi foarte ridicate (2400 – 2700 C) pentru 3 sec. – fluxul de gaz inert circulă prin tub.
- **Răcirea** atomizorului la temperatura camerei.

Caracteristici tehnice ale PinAAcle 900T Perkin Elmer

- Ambele atomizoare (flacără și cuptor) sunt situate în același spațiu de lucru din spectrometru (camera de atomizare);
- Controlul complet al sistemului din soft;
- Sistem optic de tip dublu fascicul cu măsurare simultană.

Avantajele combinării tehnicilor FAAS și GFAAS într-un singur echipament

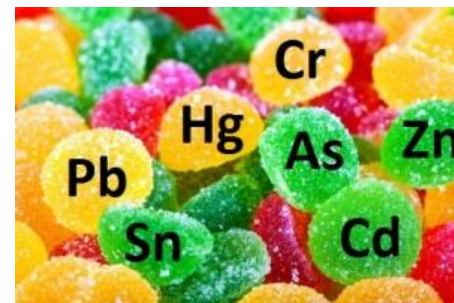
- Acoperirea unui domeniu larg de concentrații;
- Analiza rapidă în flacără (10-15 s per probă per element) cu repetabilitate foarte bună și interferențe moderate care pot fi ușor corectate;
- Limite de detecție foarte coborâte pentru cuptor;
- Utilizarea unui singur set de lămpi, sistem optic, calculator, alimentare cu gaze, etc., pentru ambele moduri de lucru, de unde rezultă costuri reduse inițiale și de întreținere și economie de spațiu în laborator.



Posibilități de utilizare a spectrometriei cu flacără și cuptor de grafit în activități de cercetare privind alimentele



Cercetări privind



- Determinarea concentrațiilor de metale cu potențial toxic din alimente, pentru evaluarea riscului asupra sănătății populației;
- Determinarea concentrațiilor de metale din furaje pentru animale;
- Determinarea concentrațiilor de metale din apa potabilă sau apa utilizată pentru irigații (utilizată în producerea hranei);
- Determinarea biodisponibilității metalelor din sol și apă;
- Determinarea concentrațiilor de metale din sol, apă, vegetale, animale și țesuturi/fluide biologice umane și evaluarea unor factori de transfer pe întregul lanț trofic.

Această lucrare a fost posibilă prin sprijinul financiar oferit prin Programul Operational Sectorial "Creșterea Competitivității Economice", co-finanțat prin Fondul European de Dezvoltare Regională, "Investiții pentru viitorul dumneavoastră, în cadrul proiectului POSCCE Axa II, Operațiunea: O2.2.1-2013, ID nr.1887/Cod SMIS-CSNR: 49164 INOVA-OPTIMA

Va mulțumesc pentru atenție!

