

# APLICAREA ANALIZEI ÎN PICĂTURI LA INVESTIGAREA OBIECTELOR DIN METAL

de MINODORA AMANCEI

În toate timpurile metalul a fost folosit în activitatea curentă a omului. Începând cu orînduirea comunei primitive, cînd omul a început să se folosească de metal în făurirea uneltelor sau pentru apărare și pînă în zilele noastre metalul a fost și este nelipsit.

În colecția muzeelor metalul ocupă un loc atît de important, încît conservarea acestuia trebuie să constituie o preocupare deosebită.

Material de natură anorganică, metalul este supus acțiunii de degradare datorită agenților agresivi ai mediului ambiant și datorită microorganismelor.

Pentru a acționa împotriva acestor procese de degradare trebuie să fie examinate în mod amănunțit compoziția și caracteristicile, atît ale materialului, cît și ale produșilor de coroziune, precum și compoziția și caracteristicile mediului, condițiile de contact și de interacțiune metal-mediu.

În comunicarea de față ne-am propus să prezentăm o metodă de cercetare a compoziției obiectelor din metal, și anume: analiza în picături fără strujitură.

Metoda analizei în picături fără strujitură se caracterizează prin procedee speciale numai în ce privește obținerea soluției necesare pentru efectuarea analizei calitative; această dizolvare este numită dizolvare fără strujitură, deoarece dizolvantul se aplică direct pe suprafața obiectului. Ca dizolvanți se folosesc: acid clorhidric diluat (1:1), acid azotic diluat (1:1), un amestec din acești acizi, sau o soluție de hidroxizi alcalini 20%. Acidul clorhidric atacă puternic fierul, aliajele feroase (fonta, oțeluri carbon și aliaje cu un conținut mic de crom) și aliajele de aluminiu; nu atacă aliajele de cupru. Acidul azotic dizolvă bine cuprul și aliajele de cupru (bronzuri și alame) și aliajele feroase, dar nu dizolvă aliajele de aluminiu. Aliajele feroase, cu un conținut mare de crom, și aliajele de staniu-plumb se dizolvă într-un amestec de acid clorhidric-acid azotic. Deci, prima recunoaștere calitativă a metalelor și a aliajelor lor se face după comportarea față de acizi.

Dizolvarea fără strujitură dăcurgu în două etape: în prima etapă are loc dizolvarea directă, în a doua etapă are loc pregătirea propriu-zisă a soluției necesare pentru analiza calitativă. Prima etapă reprezintă cel mai simplu caz, cînd trebuie să se rezolve cît mai repede problema absenței sau a prezenței unui element oarecare. Pe supra-

fața curățită mecanic se pun 1-2 picături de dizolvant și se așteaptă sfârșitul reacției. Acidul reacționează la început energetic cu suprafața metalului, fapt care se poate constata după degajarea bulelor de gaz. Încetarea degajării bulelor de gaz indică sfârșitul reacției. După terminarea reacției se trece la analiza calitativă a ionilor [1].

A doua etapă presupune o dizolvare mult mai îngrijită. Suprafața probei se curăță mecanic, se freacă cu benzină sau alcool pentru ca să se degreseze, se spală cu apă distilată și apoi se șterge cu hîrtie de filtru. Dizolvantul aplicat pe suprafața probei se scurge și acest fapt constituie o dificultate la folosirea întregii soluții. Pentru ca dizolvantul să nu se scurgă de pe suprafața probei, se aplică pe probă o mică formă de parafină care înconjoară ca un cilindru mic porțiunea din probă ce trebuie prelucrată cu acid.

În literatura de specialitate sînt descrise mai multe procedee pentru obținerea acestor forme de parafină [1, 2, 3].

Am aplicat analiza prin reacție în picături fără strujitură la cercetarea compoziției unui fragment dintr-o pirostrie feudală și a unui topor celtic.

Pentru cercetarea fragmentului de pirostrie am procedat astfel : s-a curățat fragmentul, s-a spălat cu apă distilată și s-a uscat. După uscarea s-au pus două picături de acid clorhidric (1:1) pe o porțiune foarte mică de fragment, după terminarea reacției soluția obținută a fost trecută într-o eprubetă. Apoi s-a spălat porțiunea de fragment analizată cu cîteva picături de apă distilată, care au fost trecute în aceeași eprubetă. În soluția astfel obținută s-au căutat fierul, cuprul, manganul, staniu și plumbul, pentru identificarea acestor elemente utilizînd metodologia de lucru descrisă în literatură [1].

Din toate reacțiile efectuate pe hîrtie de filtru s-a semnalat numai prezența fierului.

Pentru analiza toporului celtic s-a avut în vedere valoarea lui deosebită și pentru a nu se degrada cît de puțin suprafața lui s-a trecut la analiza produșilor de coroziune formați pe suprafața toporului. Am procedat astfel: cu un bisturiu s-au prelevat circa 0,001 g de compuși de pe topor ce au fost solviți în 3 picături de acid azotic (1:1) și peste soluția obținută s-au adăugat 3 picături de apă distilată. Compușii nedizolvați s-au separat prin filtrare, iar în filtrat s-a căutat identificarea ionilor de cupru, staniu, zinc. Pentru identificarea ionilor menționați s-au folosit metodele de lucru din literatură [1]. Au fost identificați cupru și staniu. Metodele de analiză, nepunînd probleme speciale, nu le-am prezentat în lucrare.

Deci, aplicînd analiza în picătură fără strujitură la cercetarea obiectelor din metal, acestea nu sînt distruse, nu-și valoarea, iar cantitatea infimă de substanțe extrase de dizolvant nu afectează piesele analizate. Acest lucru s-a demonstrat experimental, supunînd analizei în picătură cîteva eșantioane mici de cupru și alama.

Redăm mai jos rezultatele obținute, cîntărite înainte și după prelevarea probei, la microbalanța analitică din dotarea laboratorului:

Nr. crt.	Denumirea probei	Greutatea pr. înainte de tratare (gr.)	Acid azotic (1:1) (picături)	Greutatea după tratare (gr.)	Cationii identificați
1.	alamă	2,037	3	2,031	cupru zinc
2.	alamă	1,959	3	1,956	cupru zinc
3.	cupru	3,772	3	3,766	cupru
4.	cupru	4,693	3	4,687	cupru

Din tabel reiese că pentru identificarea compoziției probelor este necesară o cantitate de 3...6 mg substanță. Putem spune că aplicînd analiza în picături la cercetarea compoziției bunurilor din metal, determinările se pot executa cu cantități mici de substanță de analizat, iar prin folosirea reacțiilor caracteristice metoda este suficient de precisă și sensibilă. Pentru executarea unor operații ca: filtrare, evaporare, distilare, calcinare este necesar un timp cu mult mai redus - de 3 pînă la 10 ori față de același timp necesar pentru operații executate cu cantități mari de substanță. Acest lucru ne arată că se micșorează mult timpul de execuție a unei analize prin această metodă. Un rol important în aplicarea acestei analize îl are și prețul redus al aparatului și al reactivilor.

Toate cele prezentate ne conduc la concluzia că metoda de analiză în picături fără strujire este o metodă utilă, rapidă, aplicabilă fără probleme, cu minim de dotare în orice laborator.

#### BIBLIOGRAFIE

1. N.A.Tananaev, Analiza în picături, Edit. Tehnică, București, 1956, p.119, 129, 245.
2. I.M.Karenman, Microanaliza chimiei cantitative, Edit. Tehnică, București, 1951, p.218, 225.
3. Stefar Constantinescu, A.Ionescu, Gh.Preda, Coroziunea microbiologică și combaterea ei, Edit. Tehnică, București, 1972, p.9, 63.

# L'APPLICATION DE L'ANALYSE EN GOUTTES POUR L'INVESTIGATION DES OBJETS EN MÉTAL

## Résumé

Afin d'établir rapidement et avec assez de précision la composition des matériaux métalliques, nous avons utilisé la méthode d'analyse en gouttes sans destruction du matériel.

Dans le laboratoire de conservation, nous avons utilisé cette méthode pour connaître les caractéristiques analytiques de la composition d'un fragment de trépied et d'une hache de type celtique.

Surtout pour les laboratoires de conservation qui ne sont pas dotés d'appareils modernes, cette méthode s'avère très utile.

En outre, il faut souligner les avantages: la réalisation de l'analyse à bref délai et le bas prix des appareils et des substances réactives.