



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00334

(22) Data de depozit: 14.05.2012

(41) Data publicării cererii:
29.11.2013 BOPI nr. 11/2013

(71) Solicitant:
• INCDO-INOE 2000, FILIALA INSTITUTUL
DE CERCETĂRI PENTRU
INSTRUMENTAȚIE ANALITICĂ,
STR.DONATH NR.67, CLUJ-NAPOCA, CJ,
RO

(72) Inventatori:
• CADAR OANA, STR. MIGDALULUI NR. 14,
AP. 20, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MICLEAN MIRELA, STR.AVRAM IANCU
NR.158, BL.E, AP.5, FLOREȘTI, CJ, RO;
• TANASELIA CLAUDIU, STR. TEIULUI
NR. 4, AP. 2, FLOREȘTI, CJ, RO;
• ROMAN CECILIA, STR. PIAȚA ABATOR,
BL.B, AP.5, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(54) **METODĂ DE DETERMINARE MULTIELEMENTALĂ A UNOR
METALE GRELE ÎN PROBE ALIMENTARE (CARNE ȘI
PRODUSE DERIVATE) FOLOSIND UN SISTEM DE ABLAȚIE
LASER CUPLAT CU SPECTROMETRIE DE MASĂ CU
PLASMĂ CUPLATĂ INDUCTIV (LA-ICP/MS)**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă analitică de determinare a unor metale grele din probe alimentare solide. Metoda conform invenției constă din uscarea și presarea mecanică a probei alimentare, folosind celuloză de puritate înaltă, urmată de determinarea directă, cu ajutorul unui

sistem de ablație laser, cuplat cu un spectrometru de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Revendicări: 1



DESCRIERE

În țară, după informațiile noastre, nu s-au utilizat sau aplicat o metodă analitică pentru determinarea metalelor grele (Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb și Zn) din probe alimentare, solide, prin tehnica LA-ICP/MS.

Descrierea invenției

Scopul prezentei invenții este elaborarea unei metode analitice de determinare a metalelor grele (Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb și Zn), din probe alimentare (carne și produse derivate) folosind un sistem de ablație laser cuplat cu un spectrometru de masă cu quadrupol și plasmă cuplată inductiv.

Problemele tehnice pe care le rezolvă invenția:

- reduce etapa de pretratament a probei având la bază doar uscarea și presarea mecanică a probei, folosind celuloză de puritate înaltă,
- elimina digestia acidă, determinarea metalelor făcându-se direct cu ajutorul unui sistem de ablație laser cuplat cu un spectrometru de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Metoda propusă prezintă următoarele avantaje:

- se reduce complexitatea tratamentului probei, timpul de analiză, gama potențialilor factorilor de contaminare și permite obținerea unor limite de detecție extrem de scăzute, comparativ cu alte tehnici similare;
- detecția și cuantificarea analiților se realizează simultan folosind LA-ICP/MS, astfel încât metoda analitică propusă de determinare a unor metale grele (Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Zn) din probe alimentare (carne și produse derivate) este simplă, economică, rapidă, foarte versatilă, extrem de sensibilă și selectivă și permite analiza unor cantități mici de probă.

Metoda propusă permite determinarea directă a metalelor grele (Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb și Zn), din probe alimentare solide (carne și produse derivate) după uscarea și presare mecanică a probei și folosirea celulozei ca liant.

Probele alimentare (carne și produse derivate), refrigerate sau proaspete, sunt transportate pe gheață în laborator, se îndepărtează părțile necomestibile, se omogenizează cu ajutorul unui blender, de uz casnic, cu lame din oțel inoxidabil și se păstrează la -20°C până la analiză. Probele de alimente se usucă în etuvă la o temperatură de 105°C, timp de 24 de ore, după care se mojarază și se cântărește m_1 g probă). Se adaugă m_2 g celuloză de puritate înaltă, se omogenizează amestecul și se pregătește o pastilă cu ajutorul unei prese manuale mecanice. Similar, a fost preparată o probă blanc conținând doar celuloză de puritate înaltă.

Pastila este introdusă în celula sistemului de ablație laser destinat probelor și analizată. Gazul purtător este un amestec Ar/He. Pentru analiză, spotul laser este setat la un diametru de 50 μ m și pentru colectarea de probă s-au trasat linii drepte,

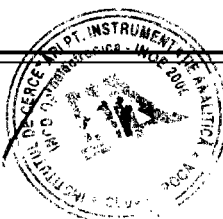


Descrierea invenției

de la un capăt la altul al pastilei. Plasma este setată la o putere de 1350 W și un debit al argonului de 12 L/min. Prin sistemul de ablație laser, debitul de argon este de 0.96 L/min. Conurile spectrometrului sunt de platină, parametrul RPq al celei de reacție fiind 0.25. Pentru o mai bună sensibilitate, detectorul s-a folosit în modul puls. Verificarea și optimizarea parametrilor spectrometrului de masă s-a făcut folosind o soluție multielement de 1 µg/L Ba, Be, Ce, Co, In, Mg, Pb, Rh și urmărind un raport semnal/zgomot cât mai bun, simultan cu un raport al oxizilor (CeO) și a ionilor dublu-ionizați (Ba++) mai mic de 3%.

Limitele de detecție ale metodei de determinare a celor 8 metale grele din probe alimentare (carne și produse derivate) sunt situate în intervalul 0.5 - 10 µg/kg.

1. Chen M., Ma L. Q., Comparison of three aqua regia digestion methods for twenty Florida soils, *Soil Science Society of America Journal*, **2001**, 65, 491–499.
2. Arroyo L., Trejos T., Hosick T., Machemer S., Almirall J.R., Piero R. Gardinali, Analysis of Soils and Sediments by Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (LA-ICP-MS): An Innovative Tool for Environmental Forensics, *Environmental Forensics*, **2010**, 11, 315–327.
3. Ctvrtnickova T., Cabalin L., Laserna J., Kanicky V., Nicolas G., Laser ablation of powdered samples and analysis by means of laser-induced breakdown spectroscopy, *Applied Surface Science*, **2009**, 255, 5329–5333.
4. Sela H., Karpas Z., Zoriy M., Pickhardt C., Becker J.S., Biomonitoring of hair samples by laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS), *International Journal of Mass Spectrometry*, **2007**, 261, 199–207.
5. Metev, S., Stephen, A., Schwarz, J., Wochnowski, G., Laser-induced chemistry - An advanced tool for micro structuring, synthesis and modification of materials, *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, **2004**, 5399, 21–26.
6. Byrne S., Amarasiriwardena D., Bandak B., Bartkus L., Kane J., Jones J., Yañez J., Arriaza B., Cornejo L., Were Chinchorros exposed to arsenic? Arsenic determination in Chinchorro mummies' hair by laser ablation inductively coupled plasma-mass spectrometry (LA-ICP-MS), *Microchemical Journal*, **2010**, 94, 28–35
7. Arroyo L., Trejos T., Hosick T., Machemer S., Almirall J.R., Gardinali P.R., Analysis of Soils and Sediments by Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (LA-ICP-MS): An Innovative Tool for Environmental Forensics, *Environmental Forensics*, **2010**, 11, 315–327.
8. Sela H., Karpas Z., Zoriy M., Pickhardt C., Becker J.S., Biomonitoring of hair samples by laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS), *International Journal of Mass Spectrometry*, **2007**, 261, 199–207.



Descrierea invenției

9. Panchev I.N., Kirtchev N.A., Dimitrov D.D., Possibilities for application of laser ablation in food technologies, *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2011, 12, 369-374.



*Revendicare***REVENDICARE**

Metodă de determinare multielementală a unor metale grele (Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Zn) în probe alimentare (carne și produse derivate) folosind un sistem de ablație laser cuplat cu spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv (LA-ICP/MS) **caracterizată prin aceea că** are la bază uscarea și presarea mecanică a probei, folosind celuloză de puritate înaltă, urmată de determinare directă cu ajutorul unui sistem de ablație laser cuplat cu un spectrometru de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Director ICIA,
CS II Mircea Chintoanu

