



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2016 00548

(22) Data de depozit: 01/08/2016

(41) Data publicării cererii:
28/02/2018 BOPi nr. 2/2018

(71) Solicitant:

• UNIVERSITATEA "BABEȘ-BOLYAI"
DIN CLUJ-NAPOCA,
STR. MIHAIL KOGĂLNICEANU NR. 1,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• INCDO-INOE 2000 - FILIALA INSTITUTUL
DE CERCETĂRI PENTRU
INSTRUMENTAȚIE ANALITICĂ,
STR. DONATH NR. 67, CLUJ-NAPOCA, CJ,
RO;
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ DIN
CLUJ-NAPOCA, STR. MEMORANDUMULUI
NR. 28, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• FOTOMETRIC INSTRUMENTS SRL,
STR. ARH. GR. IONESCU NR. 1, BL. T59,
AP. 22, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

• FRENȚIU TIBERIU, STR. MANĂȘTUR
NR. 89, BL. E10, SC. 2, AP. 33,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• PONTA MIHAELA,
STR. TITULESCU NICOLAE, NR. 12, AP. 26,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;

• DARVAȘI EUGEN, CALEA FLOREȘTI,
NR. 81, BL. V5, SC. 5, AP. 139,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• BUTACIU SÎNZIANA, STR. PRINCIPALĂ
NR. 74, SALVA, BN, RO;
• CADAR SERGIU IULIAN,
STR. MIGDALULUI NR. 14, AP. 20,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• ȘENILĂ MARIN, STR. BUCIUM NR. 1,
BL. B 1, SC. 1, AP. 30, CLUJ-NAPOCA, CJ,
RO;
• MATHE ALEXANDRU, STR. DÂMBOVIȚEI
NR. 47, BL. V 21, SC. 2, AP. 33,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• FRENȚIU MARIA, STR. MĂNĂȘTUR
NR. 89, BL. E10, SC. 2, AP. 33,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• PETREUȘ DORIN MARIUS,
STR. PLOIEȘTI NR. 27, AP. 5,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• ETZ RADU,
STR. MAIOR AVRAM ZENOVIE NR. 3,
MEDIAȘ, SB, RO;
• ȘULEA DORIN,
STR. ARHITECT IONESCU GRIGORE NR. 1,
BL. T59, ET. 5, AP. 22, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **METODĂ MICROANALITICĂ PENTRU DETERMINAREA
MULTIELEMENTALĂ SIMULTANĂ, PRIN VAPORIZAREA
ELECTROTHERMICĂ A PROBEI ȘI DETECȚIA
PRIN SPECTROMETRIA DE EMISIE OPTICĂ
ÎN MICROTORȚE DE PLASMĂ DE MICĂ PUTERE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă microanalitică pentru determinarea simultană a mai multor elemente periculoase, cum ar fi: As, Ag, Cd, Cu, Hg, Sb, Sn, Pb și Zn, din microprobe lichide. Metoda conform invenției constă în uscarea microprobei de lichid la o temperatură de 75°C timp de 180 s, urmată de evaporare electrottermică, la o temperatură de 1500°C, vaporii rezultați fiind transportați într-o microtorță de plasmă

cuplată capacitiv unde sunt excitați, semnalele de emisie ale elementelor obținute prin excitație fiind măsurate simultan, folosind un microspectrometru de joasă rezoluție.

Revendicări: 1
Figuri: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art. 32 din Legea nr. 64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art. 23 alin. (1) - (3).



DESCRIEREA INVENȚIEI

Invenția se referă la o **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere.**

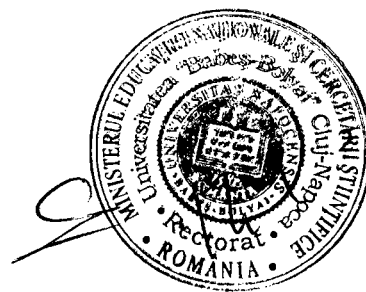
Metoda este caracterizată prin aceea că asigură determinarea simultană a elementelor (As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn) din microprobe lichide și probe solide mineralizate cu volum de 10 μl fără generare de vapori chimici folosind o microtorță de plasmă cuplată capacitiv de joasă putere (15 W) și consum scăzut de argon (150 ml min^{-1}), un evaporator electrotermic miniaturizat cu filament de R și un microspectrometru de joasă rezoluție și la limite de detecție între $1,5\text{-}40 \text{ ng ml}^{-1}$ ($15\text{-}400 \text{ pg}$) în probe lichide și $0,04\text{-}1 \text{ mg kg}^{-1}$ în probe solide.

La ora actuală analiza multielementală a probelor se realizează prin spectrometrie de emisie optică și de masă în plasma cuplată inductiv, care utilizează de regulă pulverizarea pneumatică a probelor lichide și mai rar introducerea acestora prin evaporare electrotermică. Deși aceste metode oferă limite de detecție scăzute și permit analiza simultană din probe de mediu, alimentare și biologice, prezintă dezavantajul unui preț de cost ridicat la achiziție și întreținere. Altă metodă care se utilizează în analiza multielementală este spectrometria de absorbție atomică în flacără pentru probe lichide pulverizate pneumatic și spectrometria de absorbție atomică în cuptor de grafit pentru microprobe lichide evaporate electrotermic. Deși ultima metodă permite evaporarea în atomizor și asigură limite absolute de detecție de ordinul pg, prezintă dezavantajul analizei secvențiale lente și necesitatea unui control riguros a temperaturii pe durata programului termic la care este supusă proba. Chiar în varianta constructivă cu sursă continuă de radiație, când nu sunt necesare schimbări succesive a sursei primare de radiație în funcție de element, metoda bazată pe spectrometria de absorbție atomică rămâne consumatoare de timp și de probă. Alternativa o constituie dezvoltarea de metode pe instrumentație spectrală miniaturizată atât în ceea ce privește dispozitivele de introducere a probelor, surselor spectrale pentru atomizare/excitare și detectorii optici. Tehnologia microplasmelor și aplicațiile acestora au evoluat rapid ca urmare a câtorva beneficii față de tehnicile analitice tradiționale bazate pe instrumente de laborator de mari dimensiuni: (i) putere mică și foarte mică de operare; (ii) consum mic de gaz pentru susținerea plamei; (iii) consum minim de probă și reactivi și cantitate neglijabilă de reziduu; (iv) raport favorabil între costuri de investiție/operare/performance analitice.

microplasmă prezintă însă o toleranță limitată pentru apă ca rezultat a puterii mici de operare și, în consecință, atât stabilitatea descărcării cât și capacitatea de excitare sunt puternic afectate. Prin urmare, introducerea probelor lichide în microplasmă/microtorțe este problematică.

Metoda microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere rezolvă problema introducerii probelor lichide în microtorțe de plasmă de putere mică și simultaneitatea determinării elementelor din probe cu volume de ordinul μL la limite de detecție de ordinul ng ml^{-1} sau pg , la viteză mare folosind microspectrometre de joasă rezoluție echipate cu detectori cu sarcină cuplată.

Metoda microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere permite determinarea elementelor periculoase și prioritar periculoase (As, Ag, Cd, Cu, Hg, Sb, Sn, Pb și Zn) din microprobe lichide cu volum de $10 \mu\text{L}$ uscate la temperatura de 75°C , evaporate electrotermic la temperatura de 1500°C urmată de atomizarea și excitarea într-o microtorță de plasmă cuplată capacitiv operată la 15 W și 150 ml min^{-1} și detecție simultană cu un microspectrometru QE65Pro Ocean Optics (Dunedine, SUA) cu rezoluția de 0.4 nm . Metoda microanalitică prezintă următoarele avantaje: (1) determinarea multielementală simultană a elementelor din microprobe lichide în absența generării vaporilor chimici; (2) posibilitatea determinării simultane a elementelor care necesită de regula necesită de regulă o derivatizare la vapori chimici și a celor care nu necesită această procedură de preparare; (3) simplificarea procedurii de preparare a probelor și creșterea vitezei de analiză prin eliminarea necesității utilizării reactivilor de derivatizare (clorură stanoasă și borohidru de sodiu); (4) reducerea costurilor de analiză prin consumul mic reactivi și de utilități (energie și argon); (5) reducerea riscului de contaminare a probelor datorită inerției chimice ridicate a Rh față de acidul azotic, apa regală și oxigen; (6) scăderea fondului spectral a plasmei și asigurarea unei stabilități ridicate a acesteia prin eliminarea necesității utilizării hidrogenului pentru protecția filamentului de Rh utilizat în evaporator comparativ cu filamentele de Re sau W care necesită un mediu reducător. determină creșterea fondului spectral și instabilitatea descărcării; (7) creșterea sensibilității măsurărilor analitice; (8) simplitatea spectrelor de emisie care permite utilizarea microspectrometrelor de joasă rezoluție existente pe piață; (9) aplicabilitatea metodei microanalitice la matrici complexe, precum probe de mediu și alimentare.



Se dă un exemplu de operare a metodei microanalitice:

Operarea metodei microanalitice este în concordanță cu cererea de Brevet de invenție Nr. A00748/07.10.2014 - Analizor miniaturizat cu evaporator cu filament de Rh pentru determinarea simultană a elementelor din microprobe lichide prin spectrometrie de emisie optică și cererea de brevet de invenție Nr. A/00732/02.10.2014 - Metodă și dispozitiv electronic de control al temperaturii unui filament metalic prin măsurare indirectă.

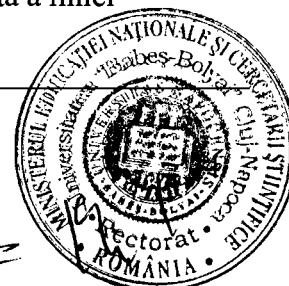
Metoda microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere necesită trei etape, după cum urmează: (a) uscarea microprobei lichide; (b) evaporarea microprobei și introducerea în microtorța de plasmă; (c). măsurarea simultană a semnalelor de emisie a elementelor folosind un microspectrometru de joasă rezoluție. Operarea este în conformitate cu Fig. 1 din cererea de brevet de invenție A00748/07.10.2014. Un volum de 10 μ l de probă lichidă este depus manual cu o microsiringă pe filamentul de Rh al evaporatorului (2) care este extras din camera (2) cu pistonul (4). Microproba este supusă uscării prin încălzirea filamentului la 75 $^{\circ}$ C în urma alimentării acestuia de la sursa (5) timp de 180 s. După etapa de uscare filamentul cu reziduu rămas este introdus în camera evaporatorului (2) prin împingerea pistonului (4). Se pornește microtorța de plasmă cuplată capacitiv și se reglează debitul optim al argonului de la debitmetrul (9) electronic și puterea de la generatorul (6) de radiofrecvență. Se comandă încălzirea filamentului de Rh la 1500 $^{\circ}$ C timp de 10 s de la sursa (5) de alimentare a evaporatorului. Metoda indirectă de control a temperaturii filamentului prin măsurarea parametrilor electrici este descrisă în cererea de brevet de invenție A/00732/02.10.2014. Vaporii de probă sunt transportați în microtorța (1) de plasmă de către fluxul de Ar din camera evaporatorului electrotermic (2). Semnalul de emisie tranzitoriu a elementelor obținut prin excitarea atomilor este înregistrat în mai multe spectre succesive (de exemplu 20) folosind un microspectrometru (7) de joasă rezoluție echipat cu un detector cu sarcină cuplată. Pentru fiecare episod se aplică apoi o corecție de fond de o parte și de alta la fiecare pic prin medierea semnalelor în 5 puncte. Semnalul total pentru un element se obține prin însumarea semnalelor nete episod care depășesc un prag de 2% prestabilit din valoarea semnalului net obținut pentru o soluție blanc de 2% acid azotic ce nu conține elementele de analizat. Pentru determinarea concentrației elementelor se folosește metoda adiției standard pentru a compensa efectele de matrice care apar în sursele de microplasmă. Precizia metodei microanalitice se verifică prin analiza unor probe test, iar acuratețea prin analiza unor probe de materiale standard certificate. Elementele componente ale prototipului instrumental pe



care a fost dezvoltată **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere** și condițiile de operare sunt prezentate în Tabelul 1.

Tabel 1. Elementele componente ale prototipului instrumental cu microtorță de plasmă cuplată capacitiv și condițiile de operare

Componentă	Descriere
Sursă putere plasmă Brevet de invenție RO128077-B1	Oscilator free-running, 13,6 MHz, 15 W (Universitatea Tehnică Cluj-Napoca, INCDO-INOE2000 filiala ICIA)
Microtorța de plasmă	Cuplată capacitiv cu un microelectrod vârf de Mo cu diametrul de 1 mm și tub de cuarț cu diametru interior de 5 mm și lungimea de 25 mm; 150 ml min ⁻¹ Ar pentru susținerea plasmei și antrenarea probei; vizare plasmă pe direcție radială la înălțimea de 0.8 mm; colectarea semnalului printr-o lentilă cu distanța focală de 10 mm.
Cerere Brevet de invenție Nr. A/00777/25.10.2013	
Evaporator electrotermic miniaturizat	Filament de Rh cu diametrul de 0.25 mm Volum probă: 10 μl
Cerere Brevet de invenție Nr. A/00732/02.10.2014	Uscare probă: 75 °C; 180 s Vaporizare probă: 1500 °C; 10 s
Sursă de putere pentru alimentarea evaporatorului electrotermic	Control indirect al temperaturii prin comanda și măsurarea parametrilor electrici (rezistență, intensitate curent electric), (Universitatea Tehnică Cluj-Napoca)
Cerere Brevet de invenție A00748/07.10.2014	
Debitmetru	MV-302 Bronkhorst High-Tech BV (Bronkhorst, Olanda)
Detector optic	Spectrometru QE65 Pro (190 – 380 nm); rezoluție 0.4 nm; detector Hamamatsu CCD S7031-10065 (Dunedin, Florida, SUA), contrailuminat; răcire la (– 20 °C) Înregistrare spectre și procesare semnal: achiziție rapidă a spectrelor episod cu timp de integrare 500 ms/episod, corecția fondului pe fiecare episod de-o parte și de alta a liniei spectrale.



Performanțe analitice

Caracteristicile spectrului de emisie

Un exemplu de spectru pentru o soluție ce conține ($\mu\text{g ml}^{-1}$): 0,5(Cd, Hg, Sn, Zn); 1(Pb); 2(As, Sb) înregistrat în condițiile din Tabelul 1 este prezentat în Fig. 1.

Spectrul de emisie este unul simplu cu puține linii spectrale pentru elemente cu energii de excitare sub 7.5 eV. Acesta este un avantaj deoarece permite utilizarea unui microspectrometru de rezoluție mică (semilărgime a benzii spectrale de trecere de 0,4 nm) fără interferențe spectrale. Singura interferență care nu poate fi rezolvată este cea dintre linia Cd 228,802 nm și As 228,812 nm. În această situație, se selectează o altă linie a Cd pentru determinări analitice. După cum este indicat în Fig. 1, plasma dezvoltată în microtorța cuplată capacitiv la puterea de 15 W și debit de 150 ml min⁻¹ Ar este capabilă să excite elementele care de regula necesită generarea de vapori chimici (As, Hg și Sb) în absența derivatizării. Metoda permite determinarea simultană a As, Hg și Sb fără generare de vapori chimici alături de celelalte elemente care nu necesită derivatizare. În Tabelul 2 sunt prezentate caracteristicile liniilor spectrale excitate la determinarea simultană a As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn.

Tabel 2. Liniile de emisie ale elementelor care pot fi vizualizate prin **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere.**

Element	Linie spectrală	Lungime de undă/(nm)	Energie de excitare /(eV) ^a
As	As(I)R	193,759	6,40
	As(I)R	197,262	6,29
	As(I)R	200,334	7,55
	As(I)R	228,812	6,77
	As(I)R	278,012	6,77
Ag	Ag(I)R	328,068	3,78
	Ag(I)R	338,289	3,66
Cd	Cd(I)R	228,802	5,42
	Cd(I)	346,620	7,37
	Cd(I)	361,051	7,38
Cu	Cu(I)R	216,509	5,72
	Cu(I)	301,084	5,50
	Cu(I)R	324,754	3,81
	Cu(I)R	327,396	3,81
Hg	Hg(I)R	253,652	4,88



	Hg(I)	302,150	9,56
Pb	Pb(I)R	280,188	5,74
	Pb(I)R	363,957	4,38
	Pb(I)R	368,346	4,33
	Pb(I)R	368,346	4,33
Rh	Rh(I)	279,022	5,79
	Rh(I)	300,446	5,27
	Rh(I)	339,682	3,64
	Rh(I)	343,489	3,61
	Rh(I)	346,204	3,90
	Rh(I)	359,619	3,77
	Rh(I)	360,586	4,72
	Rh(I)	362,659	4,56
	Rh(I)	365,799	3,58
	Rh(I)	369,236	3,36
	Rh(I)	382,226	4,21
	Rh(I)	382,226	4,21
Sb	Sb(I)R	206,833	5,99
	Sb(I)	217,581	5,69
	Sb(I)R	231,147	5,36
	Sb(I)	239,522	7,21
	Sb(I)	252,852	6,12
	Sb(I)R	259,809	5,82
Sn	Sn(I)	202,696	6,32
	Sn(I)	238,074	5,41
	Sn(I)	248,341	5,41
	Sn(I)	249,169	7,10
	Sn(I)	285,062	5,41
	Sn(I)R	317,502	4,33
	Sn(I)R	326,233	4,87
	Sn(I)R	326,233	4,87
Zn	Zn(I)R	213,856	5,80

(I) – linie atomică; R – linie de rezonanță

^a –NIST: Atomic Spectra Database Lines Data (www.nist.gov/pml/data/asd.cfm
(physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines_form.html) (accesat la 06.06.2016).

Liniile spectrale selectate pentru analize prin metoda analitică care face obiectul prezentei cereri de brevet sunt următoarele (nm): As 193,759; Ag 328,068; Cd 346,620; Cu 324,754; Hg 253,652; Pb 368,346; Sb 231,147; Sn 326,233; Zn 213,856.

Dreptele de etalonare, limitele de detecție, precizia și corectitudinea

Parametrii dreptelor de etalonare, limitele de detecție, precizia și corectitudinea pentru **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de**



plasmă de mică putere la determinare de As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn sunt prezentate în Tabelul 3.

Tabel 3. Parametrii dreptelor de etalonare și limitele de detecție la determinarea As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn prin **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere.**

Element	Lungime de undă λ/nm	E_{ex}/eV	Domeniu de calibrare/ $\mu\text{g ml}^{-1}$	Coeficient de corelație (r)	RSDB/% ^a	SBR ^b	Lichide		Solide
							LOD/ ng ml^{-1}	LOD/ pg^c	LOD/ mg kg^{-1d}
As	193,759	6,40	0 - 10	0,9998	0,5	0,40	40	400	1,0
Ag	328,068	3,78	0 - 10	0,9975	0,3	6,20	1,5	15	0,04
Cd	340,365 214,438	7,38	0 - 10	0,9990	0,3	0,50	20	200	0,50
Cu	324,754	3,81	0 - 10	0,9990	1,5	25	1,8	18	0,05
Hg	253,652	4,89	0 - 10	0,9986	0,7	1,40	15	150	0,38
Pb	368,346 220,351	4,33	0 - 10	0,9995	0,3	0,45	20	200	0,50
Sb	217,581 206,833	5,69	0 - 10	0,9990	1,6	1,40	34	340	0,85
Sn	326,233 189,991	4,78	0 - 10	0,9990	1,2	8,20	4,4	44	0,11
Zn	213,856	5,80	0 - 10	0,9997	0,7	7,00	3,0	30	0,08

^a – deviația relativă standard a emisiei de fond calculată din 20 episoade individuale

^b – raport semnal-fond înregistrat pentru o soluție ce conține $1 \mu\text{g ml}^{-1}$ element

^c – limita de detecție absolută calculată pentru $10 \mu\text{l}$ probă

^d – limita de detecție calculată pentru 2 g probă mineralizată și diluată la 50 ml

Rezultatele obținute la verificarea acurateții pentru **Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere** prin analiza de materiale standard certificate de sol și sedimente sunt prezentate în Tabelul 4.



Tabel 4. Rezultate pentru analiza materialelor certificate de sol și sediment prin Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere (medie $\pm$ U^a, n=3 măsurări paralele)

Material		Ag	As	Cd	Cu	Hg	Pb	Sb	Sn	Zn
RTC CRM048-050G sol	Valoare certificată	75,2 $\pm$ 1,57	123 $\pm$ 5,4	140 $\pm$ 3,28	277 $\pm$ 6,03	28,0 $\pm$ 1,13	86,9 $\pm$ 2,42	139 $\pm$ 13,9	93,5 $\pm$ 3,24	724 $\pm$ 21,2
	Valoare obținută	75,3 $\pm$ 0,95	128 $\pm$ 6,0	141 $\pm$ 5,23	271 $\pm$ 8,09	27,0 $\pm$ 2,85	89,0 $\pm$ 4,40	141 $\pm$ 18,0	94,4 $\pm$ 6,54	752 $\pm$ 26,6
CRM0025-050 sol	Valoare certificată	-	339 $\pm$ 51,1	369 $\pm$ 46,3	7,76 $\pm$ 1,68	99,8 $\pm$ 31,7	1447 $\pm$ 203	-	-	51,8 $\pm$ 8,29
	Valoare obținută	-	345 $\pm$ 26,2	353 $\pm$ 25,1	9,67 $\pm$ 2,90	96,1 $\pm$ 23,8	1544 $\pm$ 250	-	-	49,9 $\pm$ 10,1
LGC 6141 sol	Valoare certificată	-	13,2 $\pm$ 3,5	-	51,1 $\pm$ 13	-	75,8 $\pm$ 16	-	-	169 $\pm$ 39
	Valoare obținută	-	14,2 $\pm$ 2,1	-	52,8 $\pm$ 6,0	-	76,6 $\pm$ 10,1	-	-	175 $\pm$ 20
BCR-280R sediment de lac	Valoare certificată	-	33,4 $\pm$ 2,9	0,85 $\pm$ 0,10	53 $\pm$ 6	1,46 $\pm$ 1,20	-	-	9,5 $\pm$ 1,7	224 $\pm$ 25
	Valoare obținută	-	27,7 $\pm$ 6,1	0,82 $\pm$ 0,20	54 $\pm$ 6	1,31 $\pm$ 0,35	-	-	9,1 $\pm$ 1,9	224 $\pm$ 6
ERM-CC141 sol	Valoare certificată	-	7,5 $\pm$ 1,4	0,25 $\pm$ 0,05	14,4 $\pm$ 1,4	-	32,2 $\pm$ 1,4	-	-	57 $\pm$ 4
	Valoare obținută	-	9,0 $\pm$ 1,7	<LOD	15,1 $\pm$ 2,0	-	33,4 $\pm$ 3,5	-	-	55 $\pm$ 6
LGC 6135 sol	Valoare certificată	-	66 $\pm$ 12	-	105 $\pm$ 5	3,2 $\pm$ 0,4	391 $\pm$ 16	-	(35)	316 $\pm$ 41
	Valoare obținută	-	58 $\pm$ 10	-	110 $\pm$ 10	-	396 $\pm$ 15	-	35 $\pm$ 3	320 $\pm$ 30
NCSDC 78301 sediment de râu	Valoare certificată	-	56 $\pm$ 10	2,45 $\pm$ 0,3	53 $\pm$ 6	0,22 $\pm$ 0,04	79 $\pm$ 12	-	-	(251)
	Valoare obținută	-	53 $\pm$ 6	2,20 $\pm$ 0,4	63 $\pm$ 15	<LOD	84 $\pm$ 11	-	-	265 $\pm$ 20
BCR-280R sediment de lac	Valoare certificată	-	33,4 $\pm$ 2,9	0,85 $\pm$ 0,10	53 $\pm$ 6	1,46 $\pm$ 1,20	-	-	9,5 $\pm$ 1,7	224 $\pm$ 25
	Valoare obținută	-	27,7 $\pm$ 6,1	0,82 $\pm$ 0,20	54 $\pm$ 6	1,31 $\pm$ 0,35	-	-	9,1 $\pm$ 1,9	224 $\pm$ 6
Regăsire/ (%) medie $\pm$ U ^a		100 $\pm$ 2	98 $\pm$ 16	96 $\pm$ 18	107 $\pm$ 16	92 $\pm$ 23	104 $\pm$ 11	101 $\pm$ 13	98 $\pm$ 16	101 $\pm$ 10

medie $\pm$ U^a - incertitudinea extinsă pentru un nivel de încredere de 95%



Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere permite determinarea corectă a elementelor As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn cu grade de regăsire în intervalul 92-107% pentru un nivel de încredere de 95% dacă se utilizează metoda adiției standard pentru compensarea interferențelor nespectrale. Precizia metodei aplicată pe probe reale de sol este în intervalul 0,4–11,6%.

Domenii de aplicare

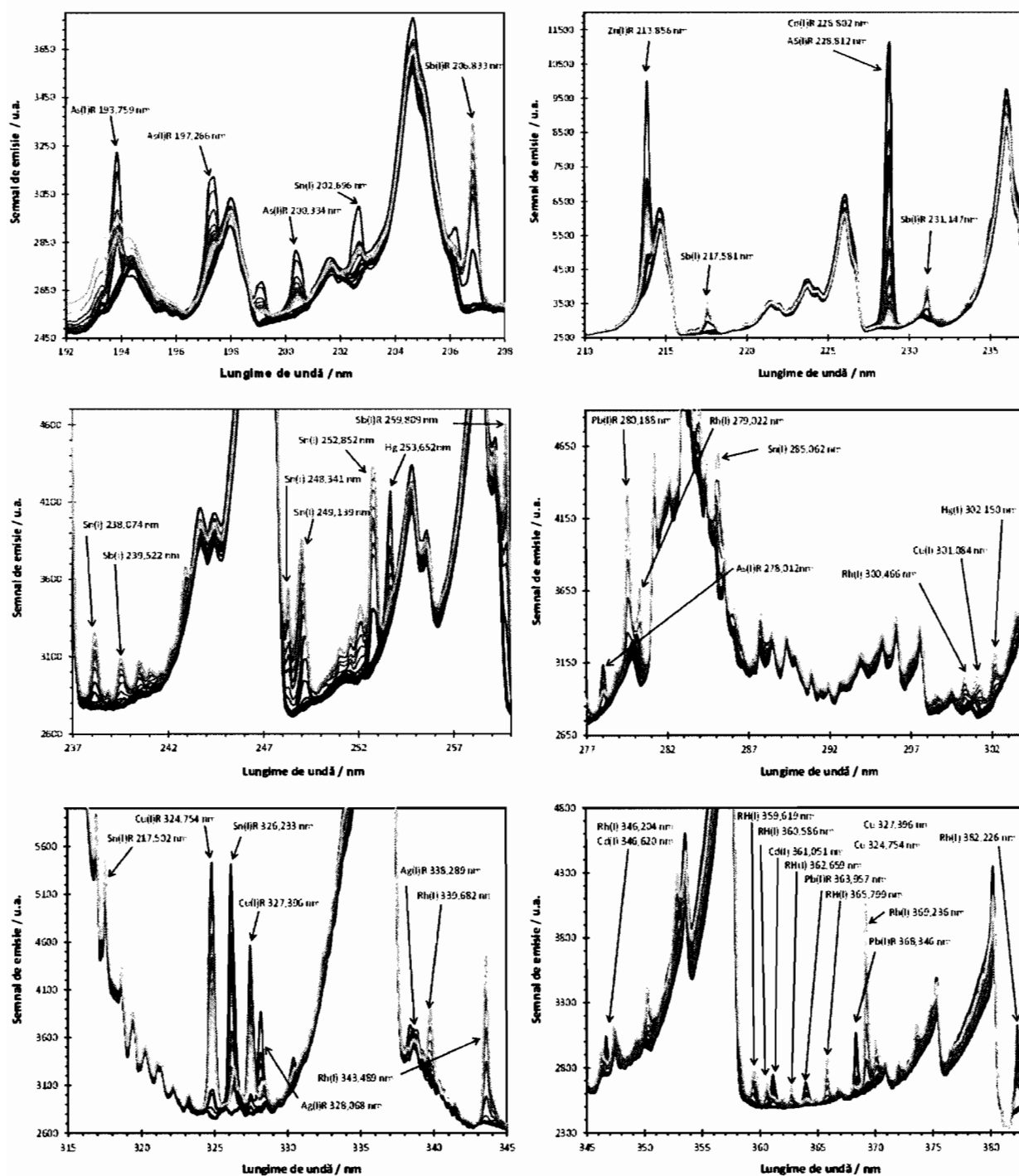
Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere poate fi aplicată pentru determinarea As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn din probe de mediu (sol, sedimente, praf, deșeuri, apă), materiale biodegradabile și nebiodegradabile, oțeluri, aliaje, etc., la performanțele analitice indicate anterior.



REVENDICĂRI

1. Metodă microanalitică pentru determinarea multielementală simultană prin vaporizare electrotermică a probei și detecție prin spectrometria de emisie optică în microtorțe de plasmă de mică putere, **caracterizată prin aceea că** permite determinarea simultană a elementelor non-/generatoare de vapori chimici precum As, Ag, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn și Zn fără utilizare de reactivi de derivatizare, precum clorura stanoasă și borohidrura de sodiu, folosind o plasmă de mică putere cu consum redus de argon și un microspectrometru de joasă rezoluție.





Spectrul de emisie înregistrat pentru 10 μ l soluție conținând (μ g ml^{-1}) 0,1(Ag); 0,2(Cu); 0,5(Cd, Hg, Sn, Zn); 1(Pb); 2(As, Sb). Condiții experimentale: microtorță de plasmă cuplată capacitiv operată la 15 W și 150 ml min^{-1} Ar; 0,8 mm înălțime de observare; microspectrometru QE65Pro; evaporare electrotermică la 1500 $^{\circ}\text{C}$; 20 spectre episod, 500 ms timp de integrare/episod.

Figura 1.

