



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00335

(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 (ȚESUT
MUSCULAR DE PASĂRE, VITĂ ȘI PORC) PRIN EXTRAȚIE
ULTRASONICĂ URMATĂ DE SPECTROMETRIE DE MASĂ
CU PLASMĂ CUPLATĂ INDUCTIV (USE-ICP/MS)**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă analitică de determinare a unor metale grele din probe alimentare. Metoda conform invenției constă din extracția ultrasonică a metalelor grele timp de 5...10 min, la o temperatură de 60...70°C, într-o baie de ultrasonare în acid diluat,

urmată de filtrare, aducere la un volum definit cu apă ultrapură, și determinarea simultană a metalelor grele prin spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Revendicări: 1



18

Metodă de determinare multielementală a unor metale grele în probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc) prin extracție ultrasonică urmată de spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv (USE-ICP/MS)

DESCRIERE

Invenția se referă la o metodă analitică de determinare extrem de sensibilă a unor metale grele (Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Pb, Zn) din probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc), prin extracție ultrasonică (USE) și spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv (ICP-MS), USE-ICP/MS.

Compușii cu acțiune estrogenică puternică, ca de exemplu unele metale grele, cum sunt Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Zn, Pb manifestă efecte negative severe asupra sănătății umane și animale [1, 2]. Pentru determinarea metalelor grele în probe de alimente sunt necesare metode analitice extrem de sensibile, deoarece aceste metale sunt prezente în probe în concentrații reduse și datorită nivelurilor de detecție foarte scăzute impuse de legislație, aceste metode analitice implică prepararea eficientă a probei, precum și detecția, identificarea și cuantificarea la concentrații extrem de scăzute [3, 4].

În străinătate pentru extracția, detecția și cuantificarea metalelor grele din probe alimentare de acest tip se aplică digestia acidă convențională sau cu microunde, extracția ultrasonică urmată spectrometrie de emisie atomică cu plasmă cuplată inductiv (ICP-AES), spectrometrie de absorbție atomică în flacără (FAAS) sau spectrometrie de absorbție atomică cu atomizare electrotermică (ETAAS) [5-8].

În țară, după informațiile noastre, nu s-a utilizat sau aplicat o metoda analitică pentru determinarea unor metale grele din probe alimentare (țesut muscular de pui, porc) prin tehnica USE-ICP/MS.

Scopul prezentei invenții este elaborarea unei metode analitice de determinare a 7 metale grele (Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Pb, Zn) probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc), prin extracție ultrasonică, urmată de detecția simultană prin spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Problemele tehnice pe care le rezolvă invenția sunt:

- elimină mineralizarea acidă a probelor având la bază extracția ultrasonică a metalelor grele timp de 5...10 min, la 60...70°C într-o baie de ultrasonare,

Descrierea invenției

- reduce timpul de analiză deoarece permite determinarea multielementală a celor opt metale de interes simultan spre deosebire de tehnicile de absorbție atomică care permit determinarea unui singur element per analiză.

Avantajele metodei:

- metoda de extracție ultrasonică necesită volume mai reduse de acizi concentrați toxici și este mai rapidă decât metodele de mineralizare convenționale și permite obținerea unor limite de detecție extrem de scăzute și permite scăderea reziduurilor toxice generate în urma mineralizării clasice și cu microunde;
- detecția și cuantificarea analiților se realizează simultan prin ICP-MS, astfel încât metoda analitică propusă de determinare a unor metale grele (Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Pb, Zn) din probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc) este economică, rapidă, foarte versatilă, extrem de sensibilă și selectivă și permite analiza unor cantități mici de probă, utilizând volume reduse de acizi.

Metoda propusă permite determinarea unor metale grele din probe alimentare. Metoda folosită la extracția metalelor grele din probe este extracția ultrasonică (USE) în acid diluat, urmată de determinarea simultană a metalelor grele prin spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Probele alimentare de țesut muscular de pasăre, vită și porc, refrigerate sau proaspete, sunt transportate, pe gheață carbonică, în laborator, se îndepărtează părțile necomestibile, se omogenizează cu un blender cu lamă dublă de oțel inoxidabil și se păstrează la -20 °C până la analiză. Anterior extracției proba se decongelează, iar într-un vas de teflon se cântăresc aproximativ m g probă și se adaugă V_1 ml soluție HCl 0,10 mol/l. Amestecul se supune extracției ultrasonice în vederea extracției metalelor timp de 5...10 min, la 60...70°C, la o frecvență de 46 kHz și putere de 320 W. Nivelul apei din baia de ultrasonare trebuie să fie în permanență deasupra nivelului de solvent din flacon. Proba se filtrează și se aduce la semn într-un balon cotat de V_2 ml cu apă ultrapură. Analog se prepară proba blank.

Analiza spectrometrică a metalelor grele din probe alimentare (identificarea și cuantificarea) se efectuează cu ajutorul unui spectrometru de masă cu plasmă

Descrierea invenției

cuplată inductiv. Puterea plasmei a fost setată la 1200 W, tensiunea pe lentilele ionice la 8.6 V, debit argon (plasmă) 12 L/min, debit argon (nebulizator) 0.92 L/min pentru a sigura un raport optim semnal/zgomot. Verificarea parametrilor s-a făcut cu o soluție de 1 µg/L Ba, Be, Ce, Co, In, Mg, Pb, Rh, urmărind un semnal maxim pentru ionul ¹¹⁵In, simultan cu păstrarea raportului de oxizi și ioni dublu ionizați sub valoarea de 3%. Verificarea parametrilor și optimizarea acestora (daca e cazul) se face înaintea fiecărui lot de probe.

Extracția ultrasonică a metalelor grele din probe alimentare (țesut muscular din pasăre, vită și porc), urmată de separarea, identificarea și detecția cu ICP-MS este o procedură analitică simplă și rapidă, necesită cantități reduse de probă și acizi concentrați, cu sensibilitate și precizie ridicate.

Parametrii de performanță ai metodei de determinare a unor metale grele în probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc) prin extracție ultrasonică urmată de spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv sunt:

- Limitele de cuantificare obținute (ng/kg masă umedă): Cd (0.05), Cr (0,5), Co (0.6), Cu (0.5), Ni (0.4), Pb (0.3), Zn (0.5).
- Gradele de recuperare (%): Cd (93) Cr (93), Co (95), Cu (103), Ni (99), Pb (97), Zn (98).

1. Peralta-Videa J.R., Lopez M.L., Narayan M., Saupe G., Gardea-Torresdey J., The biochemistry of environmental heavy metal uptake by plants: Implications for the food chain, *The International Journal of Biochemistry and Cell Biology*, **2009**, *41*, 1665–1677.
2. Bakirdere S., Yaman M., Determination of lead, cadmium and copper in roadside soil and plants in Elazig, Turkey, *Environmental Monitoring and Assessment*, **2008**, *136*, 401-410.
3. Martin M.B., Reiter R., Pham T., Avellanet Y.R., Camara J., Lahm M., Pratap K., Gilmore B.A., Divekar S., Dagata R.S., Bull J.L., Stoica A., *Estrogen-Like Activity of Metals in Mcf-7 Breast Cancer Cells*, *Endocrinology*, **2003**, *144*, 2425-2436.
4. Choe S.Y., Kim S.J., Kim H.G., Lee J.H., Choi Y., Lee H., Kim Y., Evaluation of estrogenicity of major heavy metals, *Science of the Total Environment*, **2003**, *312*, 15-21.
5. Neve R.C.F., Moraes P.M., Saleh M.A.D., Loureiro V.R., Silva F.A., Barros M.M., Padilha C.C.F., Jorge S.M.A., Padilha P.M., FAAS determination of metal nutrients in fish feed after ultrasound extraction, *Food Chemistry*, **2009**, *113*, 679–683.
6. Kazia T.G., Jamalia M.K., Araina M.B., Afridia H.I., Jalbanib N., Sarfraza R.A., Ansaria R., *Journal of Hazardous Materials*, **2009**, *161*, 1391–1398.
7. M.K. Jamali, T.G. Kazi, M.B. Arain, H.I. Afridi, N.t Jalbani, G.A. Kandhro, Abdul Q. Shah, Jameel A. Baig, *Journal of Hazardous Materials*, **2009**, *161*, 1386–1391.




Descrierea invenției

8. Gomez M.R., Cerutti S., Sombra L.L., Silva M.F., Martínez L.D., Determination of heavy metals for the quality control in argentinian herbal medicines by ETAAS and ICP-OES, *Food and Chemical Toxicology*, 2007, 45, 1060–1064.



REVENDICARE

Metodă de determinare multielementală a unor metale grele în probe alimentare (țesut muscular de pasăre, vită și porc) prin extracție ultrasonică urmată de spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv (USE-ICP/MS) este **caracterizată prin aceea că** are la bază extracția ultrasonică a metalelor grele timp de 5...10 min, la 60...70°C într-o baie de ultrasonare, urmată de filtrare, aducere la un volum definit cu apă ultrapură și determinare multielementală cu ajutorul unui spectrometru de masă cu plasmă cuplată inductiv.

Director ICIA,
CS II Mircea Chintoanu

