

ANALYSE LIBS DE LEGUMES

D.Borivent,

S.Beldjilali, L. Mercadier, E. Mothe, J. Hermann

LP3, Université Aix-Marseille II

M. Boueri et J. Yu

LASIM, Université Lyon I

SOMMAIRE

I- Introduction

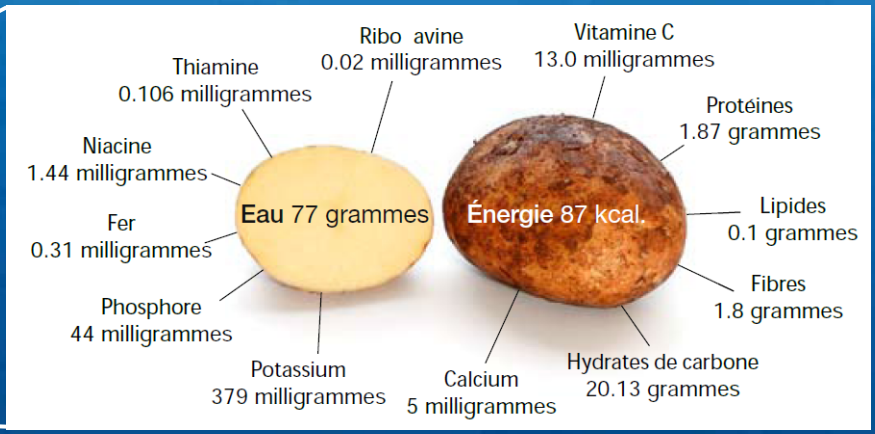
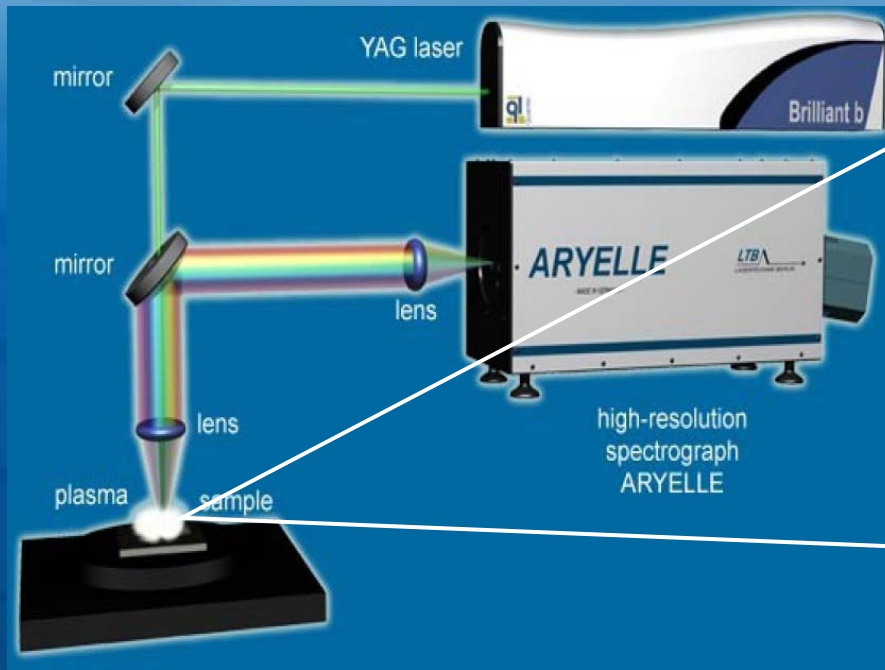
II- Techniques d'analyse élémentaire des aliments

III- Analyse d'une pomme de terre par LIBS

- Procédure expérimentale
- Identification des éléments
- Concentration en minéraux, oligoéléments et éléments toxiques

IV- Conclusion/ perspectives

I- Introduction



Concentration moyenne d'une pomme de terre (ppm)

Minéraux et oligoéléments												Eléments toxiques					
Li	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn	Se	Mo	Na	Mg	Ca	Al	As	Cd	Pb	Hg	Sb
0,002	0,05	1,43	0,001	0,07	0,94	2,8	0,011	0,418	800	208	156	0,59	0,017	0,011	0,005	0,007	0,002

II- Techniques d'analyse élémentaire des aliments

Technique	Préparation d'échantillon	Condition atmosphère	Durée de la mesure	Effet destructif	Volume analysé (mm ³)	Limite de détection
LIBS (<u>laser-induced breakdown spectroscopy</u>)	non	air ambiant	1s	oui	10⁻²	1 ppm-ppb
ICP-MS (Inductively coupled plasma mass spectroscopy)	Oui, sous forme liquide	vide	1mn	oui	1000	1 ppb
GFAAS (<u>Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry</u>)	Oui, chauffage	argon	1s-5s	oui	40	1 ppb
XPS (<u>X-Ray photoemission spectroscopy</u>)	non	vide	qq mn	non	10 ⁻¹⁵	1000 ppm
SIMS (<u>Secondary Ion Mass Spectrometry</u>)	non	vide	qq mn	oui	10 ⁻⁸	0,1 ppm
PIXE (Particle Induced X-ray Emission)	non	vide	qq mn	non	10 ⁻⁸	1 ppm
RBS (Rutherford backscattering spectroscopy)	non	vide	qq mn	non	10 ⁻⁶	1000 ppm

LIBS permet de : - caractériser tout type de matériau

- détecter simultanément, en temps réel, la quasi- totalité des éléments

III- Analyse d'une pomme de terre par LIBS

Procédure expérimentale

- Laser:

$$\lambda = 1064 \text{ nm}$$

$$\tau = 4 \text{ ns}$$

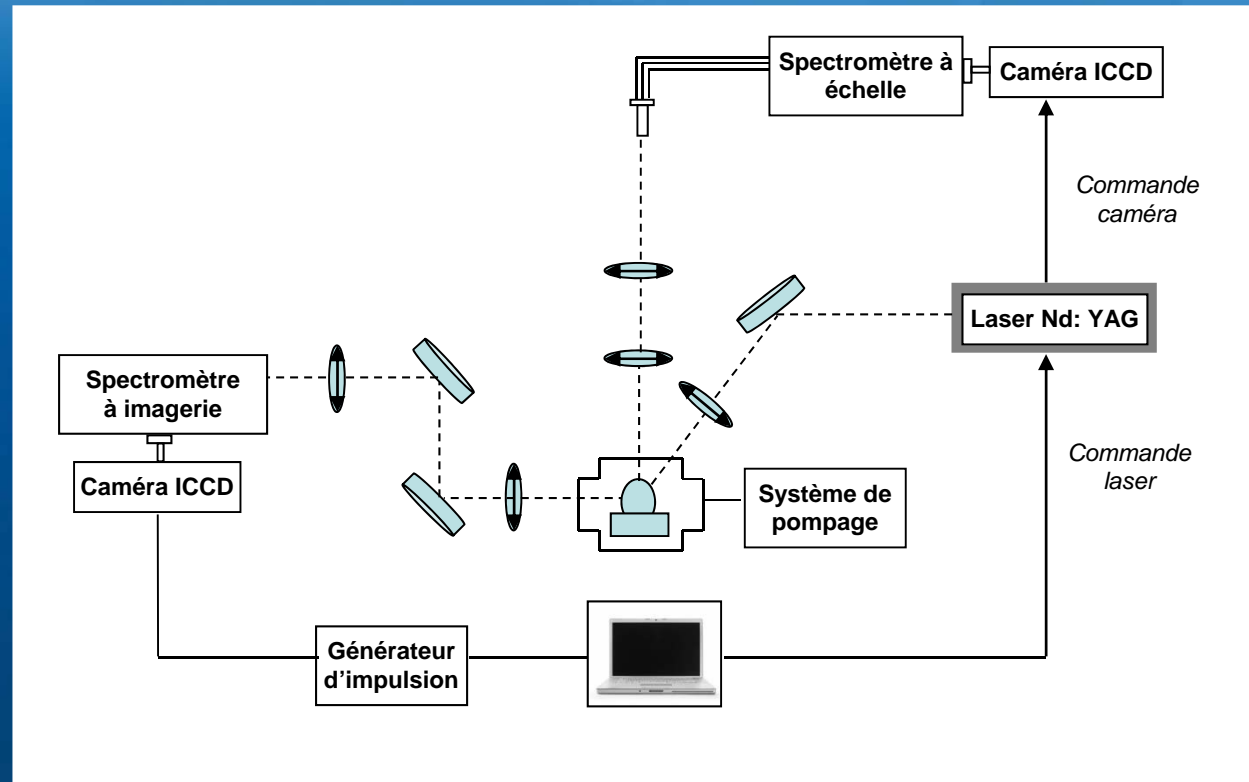
$$F = 10 - 100 \text{ J/cm}^2$$

- Spectromètre à échelle:

$$\lambda / \Delta\lambda = 10^4$$

$$d = 0,1 - 1 \mu\text{s}$$

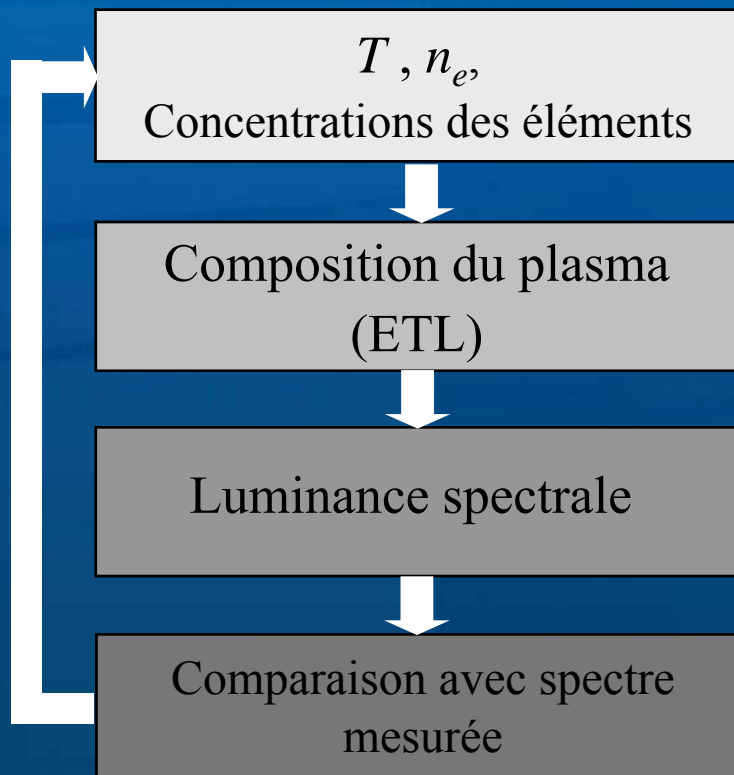
$$p = 0,1 - 10 \mu\text{s}$$



- Difficulté : mesures quantitatives des concentrations requièrent des échantillons standards
- Les aliments ont des compositions multiélémentaires complexes → étalonnage difficile

III- Analyse d'une pomme de terre par LIBS

La procédure auto-calibrée prend en compte l'auto-absorption, la non uniformité du plasma, les variations temporelles et spectrales de T et n_e



Hypothèses

- Ablation stoechiométrique
- Pas de ségrégation
- Plasma en ETL

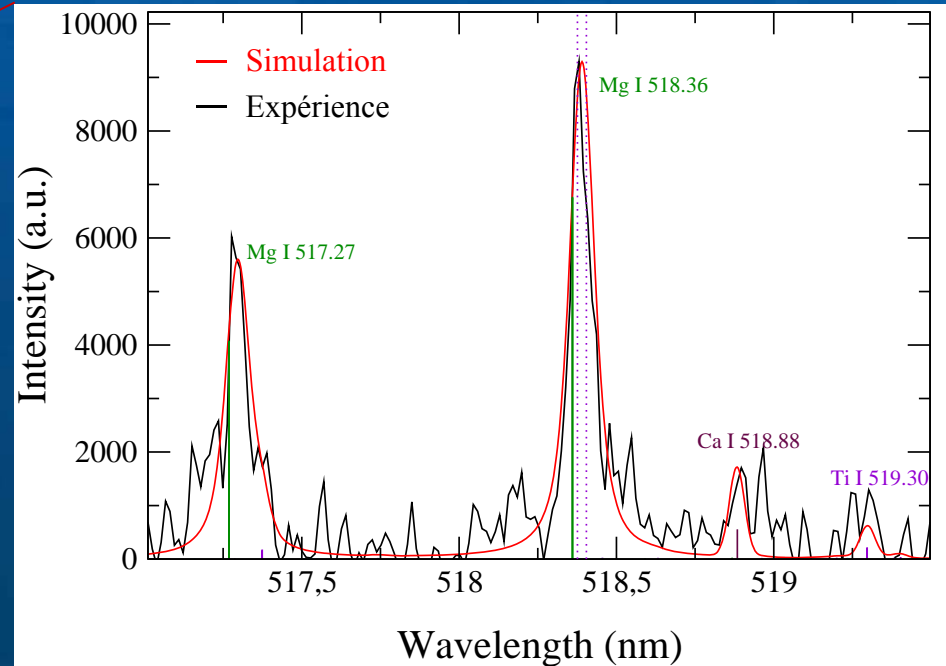
III- Analyse d'une pomme de terre par LIBS

Identification des éléments

Raies d'éléments détectés	λ (nm)	E_l (cm ⁻¹)	E_u (cm ⁻¹)	A_{ul} (10 ⁷ . s ⁻¹)	w (nm)	d (nm)
C I	247,86	21648	61982	1,8	0,054 - 0,0068	0,54
Si I	251,61	223	39955	12,12	0,079 - 0,171	0,14 - 0,34
	250,69	77	39955	4,67		
Cu I	324,75	0	30784	13,7	0,0095	0,144
Cr I	357,87	0	27935	14,83		
	359,35	0	27820	15		
	360,53	0	27729	16,14		
Fe I	371,99	0	26875	1,623		
	373,49	6928	33695	9,01		
Al I	394,4	0	25348	5,11	0,084	0,42
	396,15	112	25348	10,1	0,084	0,42
Mn I	403,08	0	24802	1,7		
	403,31	0	24788	1,65		
Ca I	422,67	0	23652	21,76		
Ti I	498,17	6843	26911	6,59		
Mg I	517,27	21870	41197	3,37	0,6	0,3
	518,36	21911	41197	5,61	0,6	0,3
Na I	588,99	0	16973	6,16	0,126	0,038
	589,59	0	16956	6,14	0,124	0,041
H I	656,28	82259	97492	13,23	0,005	8,5
Li I	670,78	0	14904	3,72		
K I	769,9	0	12985	3,8		
O I	777,19	73768	86631	3,33		

C, Si, Cu, Cr, Fe, Al, Mn, Ca, Ti, Mg, Na, H, Li, K et O

- Plasma en ETL → une seule température
- Mesure de N_e , T et c



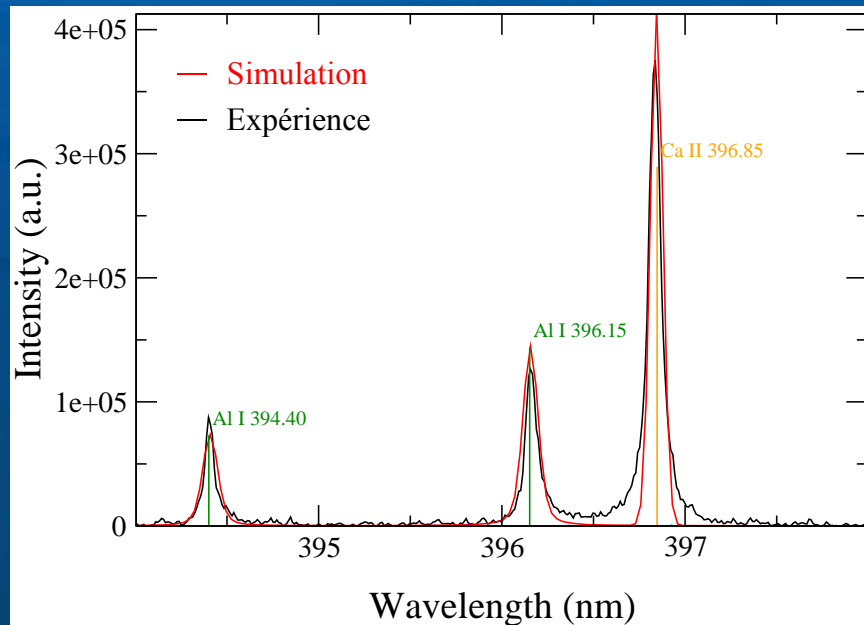
III- Analyse d'une pomme de terre par LIBS

Identification des éléments

• Peau:

$n_e = 1.10^{17} \text{ cm}^{-3}$

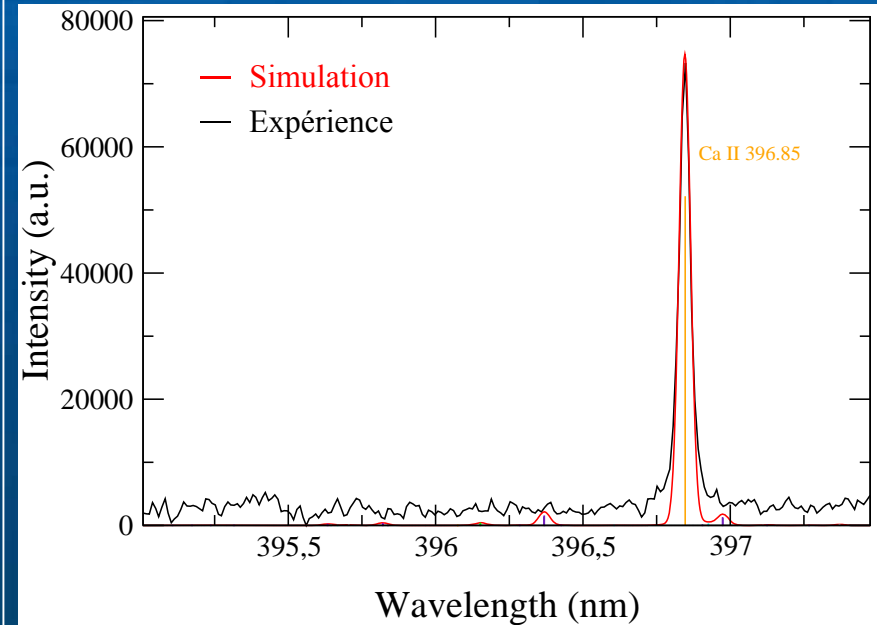
$T = 7600 \pm 1000 \text{ K}$



• Chair:

$n_e = 3.10^{16} \text{ cm}^{-3}$

$T = 6400 \pm 1000 \text{ K}$



IV- Discussion- évaluation du danger

Concentration en minéraux, oligoéléments et éléments toxiques

Eléments	Raies des éléments	Concentration (%)		Dose journalière tolérable chez un adulte de 70 kg (mg)
		Peau	Chair	
C	C I 247,86	16,923	24	
Si	Si I 251,61	0,185	1	
Cu	Cu I 324,75	0,004	0,005	0,6-10
Cr	Cr I 357,87	0,005	0,0001	1
Fe	Fe I 373,49	0,25	0,01	20
Al	Al I 396,15	0,04	0,00	70
Mn	Mn I 403,08	0,025	0,0005	0,75-10
Ca	Ca I 422,67	0,034	0,019	2000
Ti	Ti I 498,17	0,045	0,01	
Mg	Mg I 518,36	0,08	0,07	150-750
Na	Na I 588,99	0,011	0,011	570-3500
H	H I 656,28	8	11	
Li	Li I 670,78	0,0005	0,0004	0,1
K	K I 769,9	0,092	0,2	
O	O I 777,19	67,85	70	

⚠ 11% de la dose journalière tolérable

V- Conclusion/perspectives

CONCLUSION

- Caractériser / quantifier la composition des aliments
- Eviter de manger la peau des pommes de terre 😞

PERSPECTIVES

- Augmenter la sensibilité de la LIBS : $n_e \searrow$, $T \nearrow$
- Corréler la contamination des sols à la concentration des éléments toxiques à la périphérie des pommes de terre