

Faza 4

1. Obiectivele fazei de execuție

În conformitate cu planul de realizare a proiectului, a patra etapă denumită **Continuare experimentare model funcțional CCP – AFS**, are două obiective specifice: 1. Finalizarea stabilirii parametrilor pentru realizarea softului specific pentru fluorescență; 2. Determinarea parametrilor analitici ai modelului funcțional optoelectronic CCP – AFS cu diode laser. În cadrul acestor obiective specifice se au în vedere următoarele:

- Stabilirea parametrilor pentru realizarea softului specific pentru fluorescență;
- Stabilirea parametrilor pentru operarea lămpii EDL;
- Întocmirea unor studii preliminare pentru determinarea performanțelor analitice ale sistemului CCP – AFS cu diode laser pentru determinarea Li.

În conformitate cu planul de realizare propus, responsabilitățile din cadrul activităților sunt prezentate în Tabelul 1. În același tabel sunt prezentate și rezultatele estimate pentru Faza 4 de execuție.

Tabelul 1. Activitățile, responsabilitățile coordonatorului și partenerilor și rezultatele estimate în a patra etapă de execuție.

| | |
|---|---|
| Etapa IV. Cercetare industrială (A.2). | |
| Continuare experimentare model funcțional CCP – AFS (realizare parțială). | |
| Activitatea 4.1. Simulare model funcțional CCP – AFS (final) | |
| CO – ICIA Stabilește parametrii de realizare soft specific fluorescență (final, parametrii operare lampă EDL). | Rezultat: soft specific |
| Activitatea 4.2. Continuare testare model funcțional CCP-AFS (parțial) | |
| P1-INOE Determinarea parametrilor analitici ai modelului funcțional optoelectronic CCP-AFS cu diode laser (parțial). | Rezultat: parametrii operare model funcțional CCP – AFS cu diode laser; Parametrii analitici determinare Li prin fluorescență indusă de dioda laser. |

2. Rezumatul fazei

Oferta tehnică a proiectului este dezvoltarea de metode noi de înaltă precizie și sensibilitate pentru testarea și caracterizarea parametrilor de mediu, bazate pe echipamente inovative cu fluorescență atomică în plasma cuplată capacitiv operată la presiune atmosferică (CCP – AFS). În prima etapă a proiectului au fost stabilite cerințele pentru componentele și subansamblele modelului experimental/funcțional CCP – AFS. În etapa 2 de execuție au fost proiectate și executate subansamblele și componentele modelului experimental/funcțional CCP – AFS. În conformitate cu responsabilitățile partenerilor, Universitatea Babeș-Bolyai Partener 2 în cadrul proiectului a proiectat și

realizat subansamblul modelului experimental pentru sistemul optic de excitare cu lămpi EDL și subansamblul modelului experimental pentru sistemul de derivatizare la hidrură și vapori reci. În a treia etapă a prezentului proiect s-a efectuat asamblarea componentelor și subansamblelor pentru modelul CCP-AFS și simularea funcționării acestuia, respectiv experimentări privind determinarea parametrilor analitici pentru sistemul de excitare cu diode laser; experimentarea modelului funcțional CCP-AFS în vederea reducerii emisiei benzilor de OH și NO în plasma de argon prin introducerea de gaz metan ca și gaz de reacție.

Pentru obținerea modelului funcțional CCP-AFS au fost montate și asamblate componentele și subansamblele modulare care cuprind: generatorul de radiofrecvență pentru alimentarea plasmii cuplate capacitiv ca celulă de atomizare, sistemul de introducere probe, sistemul optic de excitare cu lămpi cu descărcare fără electrozi EDL și sistemul optic de detectare a semnalului de fluorescență cu microspectrometrul simultan Ocean Optics HR4000. De asemenea, a fost asamblat sistemul de măsură nedispersiv cu filtru interferențial și fotomultiplicator Solar Blind ca detector optic. Asamblarea componentelor s-a realizat pe un suport din fontă prin intermediul unor dispozitive mecanice micrometrice XYZ, care permit reglarea cu o precizie de ± 0.01 mm a poziției lămpilor EDL, fibrei optice a microspectrometrului și înălțimii de observare a plasmii în vederea colectării semnalului de fluorescență. Au fost determinați parametrii de operare a diodelor laser Roithner QL67D6SA, $P_{\max} = 5$ mW și Roithner QL78D6SA, $P_{\max} = 5$ mW în vederea determinării Li prin fluorescență atomică în CCP-AFS la lungimea de undă 670 nm. Temperatura diodei laser este un parametru esențial în selectarea lungimii de undă iar menținerea acesteia la o valoare precisă este esențială în stabilitatea lungimii de undă. Diodele laser testate permit reglarea temperaturii cu o precizie de $\pm 0,1$ °C.

Pentru studiul reducerii emisiei benzilor de OH și NO în r.f.CCP în intervalul 280 – 380 nm a fost introdus în plasma de Ar operată la 0.7 L min^{-1} un debit de $2.5\text{-}7.5 \text{ mL min}^{-1}$ metan ca și gaz de reacție. Rezultatele au arătat că la un debit de 7.5 mL min^{-1} metan, emisia benzii OH este redusă total pentru o înălțime de observare a plasmii mai mare de 68 mm. Această înălțime este optimă pentru fluorescență. Fezabilitatea metodei a fost testată prin determinarea Pb prin fluorescență la 283.3 nm.

Obiectivele prezentei etape de cercetare au fost: 1. Finalizarea stabilirii parametrilor pentru realizarea softului specific pentru fluorescență; și 2. Determinarea parametrilor analitici ai modelului funcțional optoelectronic CCP – AFS cu diode laser.

A fost realizat un soft specific pentru măsurarea semnalului de fluorescență pe baza sistemului nedispersiv, și au fost stabiliți parametrii de operare a lămpii EDL cu ajutorul respectivului soft.

De asemenea au fost determinate condițiile optime de operare a modelului funcțional CCP – AFS cu diode laser, pentru determinarea fluorescenței induse de dioda laser a Litiului, obținându-se o limită de detecție de $10,2 \mu\text{g L}^{-1}$.

Toate obiectivele Etapei de cercetare IV/2009 au fost realizate integral în conformitate cu planul de realizare refăcut al proiectului. Ca indici specifici ai realizării obiectivului sunt softul specific pentru măsurarea semnalului de fluorescență cu parametrii de operare a lămpii EDL și determinarea condițiilor de operare optime ale modelului funcțional CCP – AFS cu diode laser, și determinarea parametrilor analitici la determinarea Litiului prin fluorescență indusă de diode laser.