Faza 3

1. Obiectivele fazei de execuție

În conformitate cu planul de realizare a proiectului, a treia etapă denumită **Asamblare şi experimentare model funcțional optoelectronic CCP – AFS (realizare parțială)** are două obiective specifice: 1. asamblarea componentelor şi subansamblelor care formează modelul funcțional CCP – AFS; 2. simularea şi testarea preliminară a modelului funcțional CCP – AFS. În cadrul acestor obiective specifice se au în vedere următoarele:

- Asamblarea componentelor şi subansamblelor care vor forma modelul funcțional CCP – AFS;
- Stabilirea parametrilor care vor sta la baza realizării softului specific pentru fluorescență;
- Simularea funcționării modelului CCP – AFS pe baza softului specific pentru fluorescență;
- Determinarea parametrilor analitici ai modelului funcțional CCP – AFS, folosind diode laser ca surse de excitare şi determinarea parametrilor de selectare a lungimilor de undă;
- Experimentări parametrii analitici ai modelului funcțional CCP – AFS şi reducerea emisiei benzilor de OH şi NO în plasmă prin introducere de gaz metan.

În conformitate cu planul de realizare propus, responsabilitățile din cadrul activităților sunt prezentate în Tabelul 1. In acelaşi tabel sunt prezentate şi rezultatele estimate pentru Faza 3 de execuție.

Tabelul 1. Activitățile, responsabilitățile coordonatorului şi partenerilor şi rezultatele estimate în a treia etapă de execuție.

Etapa III. Cercetare industrială (A.2). **Asamblare si experimentare model funcțional optoelectronic CCP-AFS (realizare parțială)**	
Activitatea 3.1. Asamblare componente si subansamble model functional.	
<u>P4 – CAA</u> Asamblare componente si subansamble pentru modelul functional CCP – AFS.	**Rezultat**: model funcțional CCP-AFS
Activitatea 3.2. Simulare model funcțional CCP – AFS (parțial)	
<u>CO – ICIA</u> Stabileşte parametrii de realizare soft specific fluorescență (parțial, sistem de măsură).	**Rezultat**: soft specific
<u>P3-UTCN</u> Simularea funcționare modelului CCP-AFS pe baza de soft specific (parțial, sistem de măsură).	**Rezultat:** soft specific, model funcțional generator
Activitatea 3.3. Testare preliminara model funcțional CCP-AFS	
<u>P1-INOE</u> Determinarea parametrilor analitici ai modelului funcțional optoelectronic CCP-AFS cu diode laser (parțial, determinare parametri selectare lungime de undă).	**Rezultat:** parametri operare diodă laser

P2- UBB Experimentări parametri analitici model funcțional CCP-AFS si reducerea emisiei benzilor OH si NO in plasma prin introducerea gazului metan (optimizare parametri de operare plasmă cu gaz metan).	**Rezultat:** parametri operare plasmă; metodă nouă de reducere a interferențelor spectrale

2. Rezumatul fazei

Oferta tehnică a proiectului este dezvoltarea de metode noi de înaltă precizie şi sensibilitate pentru testarea şi caracterizarea parametrilor de mediu, bazate pe echipamente inovative cu fluorescență atomică în plasma cuplată capacitiv operată la presiune atmosferică (CCP – AFS). In prima etapă a proiectului au fost stabilite cerințele pentru componentele şi subansamblele modelului experimental/funcțional CCP – AFS. In etapa 2 de execuție au fost proiectate şi executate subansamblele şi componentele modelului experimental/funcțional CCP – AFS. In conformitate cu responsabilitățile partenerilor, Universitatea Babeş-Bolyai Partener 2 în cadrul proiectului a proiectat şi realizat subansamblul modelului experimental pentru sistemul optic de excitare cu lămpi EDL şi subansamblul modelului experimental pentru sistemul de derivatizare la hidrură şi vapori reci. Obiectivele prezentei etape de cercetare au fost: (1) asamblarea componentelor şi subansamblelor pentru modelul CCP-AFS şi simularea funcționării acestuia, respectiv experimentări privind determinarea parametrilor analitici pentru sistemul de excitare cu diode laser; (2) experimentarea modelului funcțional CCP-AFS în vederea reducerii emisiei benzilor de OH şi NO în plasma de argon prin introducere de gaz metan ca şi gaz de reacție.

Pentru obținerea modelului funcțional CCP-AFS au fost montate şi asamblate componentele şi subansamblele modulare care cuprind: generatorul de radiofrecvență pentru alimentarea plasmei cuplate capacitiv ca celulă de atomizare, sistemul de introducere probe, sistemul optic de excitare cu lămpi cu descărcare fără electrozi EDL şi 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 şi fotomultiplicator Solar Blind ca detector optic. Asamblare 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 şi înălțimii de observare a plasmei în vederea colectării semnalului de fluorescență. Pe baza modelului experimental a generatorului r.f. proiectat şi realizat în Etapa II, a fost proiectat şi realizat un model funcțional al generatorului, care a permis simularea funcționării plasmei printr-o descărcare electrică în aer la vârful electrodului. Simularea a permis definitivarea parametrilor de operare ai plasmei cuplate capacitiv pentru plasma în atmosferă de argon. Generatorul r.f. funcțional a fost proiectat şi realizat pe baza unui amplificator în clasa E. A fost realizat un soft specific de măsurare a semnalului de fluorescență pe baza sistemului nedispersiv. Au fost determinați parametrii de operare a diodelor laser Roithner QL67D6SA, P_{max} = 5 mW şi 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 ±0.1 ^{0}C. Temperatura pentru lungimea de undă de 670 nm este de 22.476 ^{0}C şi a fost obţinută în urma calibrării scalei lungimii de undă în funcţie de temperatură. Regimul de funcţionare a diodei este unul multimod. Ca referinţă, s-a utilizat lungimea de undă de emisie a Li în flacără.

Pentru studiul reducerii emisiei benzilor de OH şi 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 2.5-7.5 mL min^{-1} metan ca şi gaz de reacţie. Rezultatele au arătat că la un debit de 7.5 mL min^{-1} metan, emisia benzii OH este redusă total pentru o înălţime de observare a plasmei mai mare de 68 mm. Această înălţime este optimă pentru fluorescenţă. Eliminarea benzii OH face posibilă utilizarea domeniului spectral 200-420 nm pentru măsurări de fluorescenţă fără interferenţe spectrale între linia elementelor de analizat şi radiaţia emisă de plasmă. Fezabilitatea metodei a fost testată prin determinarea Pb prin fluorescenţă la 283.3 nm. În condiţii optime de operare, limita de detecţie a fost de 35 ng ml^{-1}, fiind similară cu cea obţinută în alte celule de atomizare utilizate în fluorescenţă.

Toate obiectivele Etapei de cercetare III/2009 au fost realizat integral în conformitate cu planul de realizare refăcut al proiectului. Ca indici specifici ai realizării obiectivului sunt modelul funcţional CCP-AFS şi metodă nouă de eliminare a emisiei benzilor OH prin introducerea metanului în plasma ca gaz de reacţie.