Faza 5

1.Obiectivele generale

Proiectul are ca obiectiv general dezvoltarea de metode noi de înaltă precizie şi sensibilitate pentru testarea şi caracterizarea parametrilor de mediu bazate pe echipamente inovative cu fluorescenţă atomică în plasma cuplată capacitiv operată la presiune atmosferică (CCP – AFS). Obiectivele specifice în conformitate cu planul de realizare a proiectului sunt:

- Definitivarea cerinţelor sistemului de analiză CCP – AFS
- Proiectarea şi realizarea de subansamble şi componente pentru sistemul de analiză CCP – AFS
- Evaluarea performanţelor sistemului de analiză CCP – AFS
- Elaborarea de tehnologii de laborator pentru analize de mediu cu sistemul CCP – AFS
- Brevetarea şi diseminarea produsului

2. Obiectivele fazei de execuţie

In conformitate cu planul de realizare a proiectului a cincea etapă denumită **Finalizare experimentare model funcţional optoelectronic CCP-AFS. Elaborarea de metode specifice de analiza parametri de mediu, demonstraţie funcţionalitate şi utilitate, diseminare** are următoarele obiective: 1. determinare parametri fizici plasmă; 2. determinare parametri analitici pentru Cd şi Zn; 3. elaborare de metode noi de laborator; 4. demonstrarea funcţionalităţii şi utilităţii modelului CCP-AFS; 5. depunere de brevet de invenţie naţional şi 6. diseminare rezultate experimentale. In cadrul acestor obiective specifice se are în vedere următoarele:

- Determinarea temperaturii gazului şi densităţii de electroni pe baza modelului de echilibru termodinamic local (LTE)
- Elaborare de metode noi de analiza a Cd şi Zn din probe de mediu
- Finalizare studiu influenţă metan în plasma CCP de Ar
- Demonstrarea funcţionalităţii modelului CCP-AFS
- Depunerea unui brevet de invenţie naţional pentru modelul funcţional CCP-AFS
- Diseminare rezultate prin articole publicate

In conformitate cu planul de realizare propus, responsabilităţile din cadrul activităţilor pentru coordonator (ICIA Cluj-Napoca) şi pentru partenerul 2 (Universitatea Babeş – Bolyai) sunt prezentate în Tabelul 1. În acelaşi tabel sunt prezentate şi rezultatele estimate pentru Faza 5 de execuţie.

Tabelul 1. Activităţile, responsabilităţile CO (ICIA Cluj-Napoca) şi rezultatele estimate în a cincea etapă de execuţie

Etapa V Cercetare industriala. Dezvoltarea experimentala. Activităţi suport. **Finalizare experimentare model funcţional optoelectronic CCP-AFS. Elaborarea de metode specifice de analiza parametri de mediu, demonstraţie funcţionalitate si utilitate, diseminare**	
Activitatea V.1. Finalizare testare model funcţional CCP-AFS	
CO- ICIA – Finalizare testare model funcţional *CCP-AFS.* Experimentări privind caracterizarea	**Rezultat**: parametri fizici plasma

fizica a modelului funcțional CCP prin metode optospectrale pasive	
<u>P2- UBB</u> – **Definitivare** experimentări parametri analitici model funcțional CCP-AFS si reducerea emisiei benzilor OH si azot in plasma prin introducerea gazului metan (**final**)	**Rezultat**: parametri analitici plasma determinare Cd, Zn şi Pb; caracteristicile parametrilor fizici ai plasmei de Ar/metan
Activitate VI.1. Elaborare metode de laborator pe baza modelului CCP-AFS	
CO- ICIA - Realizare metode de laborator pentru probe de lichide de mediu	**Rezultat**:Metode noi de laborator
Activitate VI.4. Demonstrarea funcționalității si utilității modelului CCP-AFS	
CO- ICIA - Demonstrarea funcționalității şi utilității modelului CCP-AFS	**Rezultat**: Raport demonstrație
Activitatea VI.5. Identificarea si atribuirea drepturilor de proprietate intelectuala asupra rezultatelor: elaborare documentație si depunere de brevet de invenție națională	
CO- ICIA - Identificarea si atribuirea drepturilor de proprietate intelectuala asupra rezultatelor: elaborare documentație si depunere de brevet de invenție națională	**Rezultat**: Depunere brevet de invenție național
Activitatea VI.6. Diseminarea pe scara larga prin comunicarea si publicarea națională/ internațională a rezultatelor, CD, pagina web	
CO- ICIA – Diseminarea națională/internațională prin comunicarea/ publicarea pe scara larga a rezultatelor; Realizare CD, pagina web	**Rezultat**: Articol ISI depuse, acceptate, publicate

3. 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).

Obiectivul prezentei etape este finalizarea cercetărilor experimentale privind funcționalitatea modelului CCP-AFS prin determinarea parametrilor fizici ai plasmei ca celulă de atomizare, determinarea performanțelor analitice pentru Cd şi Zn (parametri operare plasmă şi lampă EDL, limite de detecție, efecte non-spectrale), elaborare de metode analitice şi diseminare rezultate, respectiv depunerea unui brevet de invenție. Experimentările au fost efectuate pe modelul funcțional CCP-AFS în două configurații. Pentru caracterizarea fizică a plasmei, torța a fost interfațată cu un spectrometru secvențial Czerny-Turner iar pentru elaborarea metodelor şi demonstrarea funcționalității a fost utilizat modelul funcțional CCP-AFS. Acesta cuprinde plasma cuplată capacitiv de radiofrecvență cu un singur electrod inelar montat la 5 mm deasupra vârfului electrodului tubular (SRTr.f.CCP) operată la puterea de 275 W şi frecvența de 27.12 MHz; lampa EDL de Cd şi Zn ca surse primare de excitare şi un sistem de detecție multicanal de înaltă rezoluție (microspectrometrul HR 4000, OCEAN OPTICS) cu domeniul spectral 200 –

420 nm. Pentru colectarea semnalului optic emis de plasmă, respectiv semnalul de fluorescență a fost utilizată o fibră optică transparentă în domeniul UV cu diametrul de 600 μm. Montajul optic pentru colectarea semnalului de fluorescență a fost unul cu radiație primară de excitare de la lampa EDL colimată în direcție axială, respectiv colectarea semnalului de fluorescență prin tubul de cuarț în direcție radială. Diametrul spotului iluminat a fost de 14 mm. Pentru colimarea semnalului de la lampa EDL s-a utilizat o lentilă cu diametrul de 5 cm şi o distanță focală de 75 mm. Cu alte cuvinte a fost utilizată geometria optică axial-radială.

Plasma a fost operată la puterea de 275 W şi un debit de Ar de 0.4-0.7 l min^{-1} iar lămpile EDL la curenți de 240-400 mA în regim continuu. Pentru caracterizarea fizică a plasmei s-a avut în vedere modelul echilibrului termic local (LTE). A fost determinată temperatura gazului în plasma de argon din reprezentarea Bolzmann utilizând liniile din banda OH ramura R 308.90 nm ($A^2\Sigma^+$, $\nu=0 \rightarrow X^2\Pi$, $\nu=0$). Densitatea de electroni a fost estimată din raportul intensităților liniilor ionice şi atomice ale Ca şi ecuația Boumans şi De Boer valabilă de asemenea în modelul LTE. Pentru optimizare s-a avut în vedere cel mai bun raport semnal/fond (SBR). Determinările au fost efectuate pe domeniul de înălțimi de observare 48-72 mm iar înălțimea optimă de vizare a fost găsită la 72 mm deasupra electrodului vârf pentru un debit de 0.7 l min^{-1} Ar. În aceste condiții, limita de detecție în fluorescență a fost de 4.3 ng ml^{-1} Cd şi 8.2 ng ml^{-1} Zn, comparativ cu 65 ng ml^{-1} Cd şi 60 ng ml^{-1} Zn în emisia atomică utilizând aceeaşi sursă de plasmă. Studiul efectelor non-spectrale a Ca, Mg, Na, Li şi K pentru concentrații de până la 500 μg ml^{-1} au evidențiat că metoda CCP-AFS este practic liberă de interferențe comparativ cu metoda CCP-AES pentru care au fost observate efecte non-spectrale puternic depresive. Limitele de detecție au fost comparate cu cele din alte metode de analiză care au la bază fluorescența sau emisia atomică în alte surse de plasmă.

Au fost elaborate metode de analiză a Cd şi Zn din probe de mediu după mineralizarea acestora în apă regală în câmp de microunde. Metodele au fost validate prin analiza unor probe certificate de sol, sedimente de râu şi apă.

A fost demonstrată funcționalitatea modelului CCP-AFS şi s-a întocmit un raport.

A fost depusă o cerere de brevet de invenție național pentru modelul funcțional CCP-AFS şi au fost diseminate rezultatele prin articole ISI.

Obiectivul a fost realizat integral în conformitate cu planul de realizare refăcut al proiectului şi ca indici specifici al realizării obiectivului sunt metodele de analiză, raportul de demonstrație a funcționalității modelului CCP-AFS, articolele ISI publicate şi trimise spre publicare, precum şi cererea de brevet de invenție național.