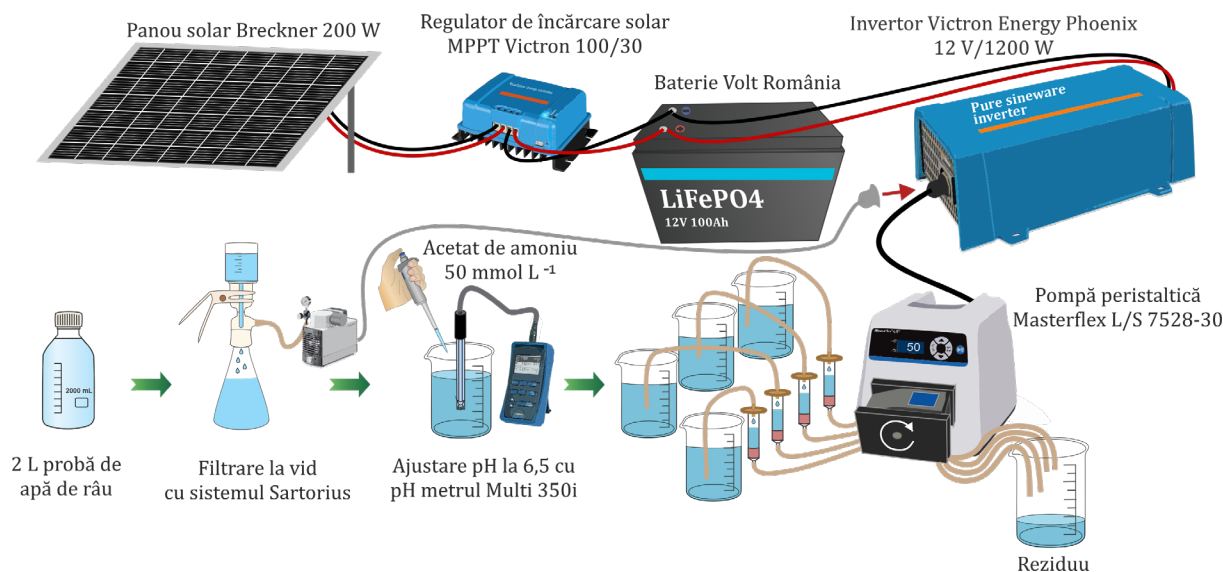


**Implementarea on-site și testarea preconcentrării multielementale din ape de suprafață prin  $\mu$ -SPE pe bază de C18 funcționalizată cu ditizonă în vederea determinării metalelor prin spectrometria de emisie optică în microplasma cuplată capacitiv și evaporare electrotermică de pe un filament de Rh (SSETV- $\mu$ CCP-OES)**

**(Activitatea 1.3, CO-UBB, P1-FI)**

În cadrul acestei activități s-a avut în vedere implementarea procedurii de preconcentrare a  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  și  $\text{Pb}^{2+}$  testată și optimizată *ex-situ* într-o procedură de preconcentrare *on-site* din ape de suprafață prin  $\mu$ -SPE pe cartușe de silice C18 funcționalizate cu ditizonă. Având în vedere faptul că scopul proiectului WHIGREEN a fost dezvoltarea de metode verzi și albe, atât în ceea ce privește procedurile de preparare a probelor, cât și analiza propriu-zisă, s-a optat pentru un set-up experimental portabil cu alimentare prin intermediul unui panou solar, care asigură independență energetică a metodei. Condițiile de lucru *on-site* au fost similare cu cele optimizate în procedura *ex-situ*. În acest sens s-a optat ca etapele de reglare a pH-ului probelor de apă, preconcentrarea prin  $\mu$ -SPE și de eluare să se efectueze *on-site*. S-a optat pentru efectuarea analizei în laborator a eluatelor cu echipamentul SSETV- $\mu$ CCP-OES, alimentat de asemenea, de la o baterie încărcată anterior fotovoltaic de la același panou solar.

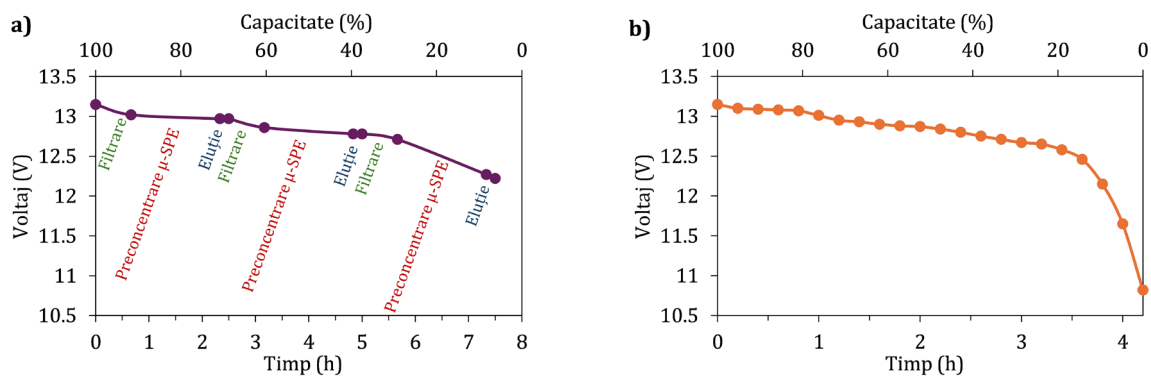
Set-up-ul experimental pentru preconcentrarea și eluția *in-situ* multielementală a  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  și  $\text{Pb}^{2+}$  prezentat în Figura 1, constă dintr-o baterie  $\text{LiFePO}_4$  de 12,8 V și 100 Ah (Volt, România), conectată la un panou fotovoltaic monocristalin de 200 W (Breckner, model 87TH449, Germania), prin intermediul unui regulator Victron Energy SmartSolar MPPT 100/30 (Victron, Almere, Olanda), și un invertor Victron Energy Phoenix 12 V/1200 W, 230 V (Victron, Almere, Olanda). Sistemul de filtrare Sartorius (Sartorius AG, Göttingen, Germania), respectiv pompa peristaltică Masterflex L/S cu 4 canale, model 7528-30 (Cole-Parmer, Massachusetts, SUA) au fost alimentate conform montajului *on-site* (Figura 1). Testarea și implementarea *on-site* a procedurii de preconcentrare a fost realizată pe probe de apă prelevate de pe râul Arieș. În acest sens au fost colectate câte 2 L de probe de apă de râu din diverse puncte, care au fost supuse filtrării cu sistemul Sartorius. Din proba filtrată au fost prelevate volume până la 250 mL a căror pH a fost reglat la 6,5, folosind pH-metrul portabil Multi 350i (Weiheim, Germania), alimentat de la bateria proprie. Prin intermediul pompei Cole Parmer proba a fost trecută peste cartușul  $\mu$ -SPE C18 funcționalizat cu ditizonă cu un debit de  $2,5 \text{ mL min}^{-1}$ , iar eluția s-a efectuat în 2 mL soluție  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  tiouree în  $1 \text{ mol L}^{-1} \text{ HNO}_3$  la un debit de  $0,5 \text{ mL min}^{-1}$ . Deoarece pompa peristaltică este echipată cu 4 canale, au fost preconcentrate în paralel 4 probe de apă. Din eluatul colectat, transportat în laborator, s-a determinat conținutul de Cu, Cd, Zn și Pb prin ( $\mu$ -SPE)-SSETV- $\mu$ CCP-OES, sistem alimentat de asemenea de la baterie. Laptopul a fost încărcat de asemenea, de la baterie.



**Figura 1.** Set-up-ul experimental testat și implementat pentru preconcentrarea *in-situ* multielementală a  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  și  $\text{Pb}^{2+}$  din probe de apă de suprafață

A fost evaluată autonomia energetică a set-up-ului experimental de alimentare electrică a componentelor (sistem de filtrare Sartorius și pompă peristaltică), pentru implementarea *on-site* a preconcentrării și eluției elementelor, respectiv a consumului energetic a echipamentului SSETV- $\mu$ CCP-OES (alimentare generator de radiofrecvență și alimentare evaporator electrotermic miniaturizat de la sursa Tenma). În acest scop a fost determinată tensiunea la ieșirea bateriei de alimentare, respectiv a fost determinat consumul energetic cu ajutorul unui contor OR-WAT-419(OR) (Orno, Polonia). Figura 2 prezintă viteza de descărcare a bateriei pentru procedura *on-site* de preconcentrare  $\mu$ -SPE și eluție a probelor, respectiv procedura *ex-situ* de analiză SSETV- $\mu$ CCP-OES.

Consumul de energie pentru preconcentrarea  $\mu$ -SPE *on-site* (Figura 2a) a fost de 110 W total pentru un ciclu de 4 probe, din care etapa de filtrare 69 W (40 min.), etapa de preconcentrare 39 W (maxim 100 min.), iar etapa de eluție 2 W (10 min.). Astfel, pe o perioadă de 8 ore pot fi efectuate 3 cicluri de prelucrare probă (număr de probe:  $4 \times 3 = 12$ , consum energetic: 330 W). În consecință, bateria încărcată de la panoul fotovoltaic prezintă o autonomie de 24 de ore, ceea ce înseamnă 3 zile a câte 8 ore, și un număr total de 36 de probe prelucrate *on-site* pentru preconcentrarea  $\mu$ -SPE. Perioada de autonomie poate fi crescută având în vedere că panoul solar poate furniza o energie de până la 200 W, în condițiile meteo însorite, ceea ce demonstrează că bateria poate fi încărcată prin intermediul panoului solar în timpul prelucrării probelor. În ceea ce privește efectuarea analizelor *ex-situ* prin alimentarea echipamentului SSETV- $\mu$ CCP-OES de la bateria încărcată, autonomia energetică este de cel puțin 3 ore (Figura 2b), ceea ce asigură analiza a 60 de probe la un consum de 10 W per probă, din care alimentare sursă pentru uscarea și vaporizarea probei 2 W, alimentare generator radiofrecvență pentru microplasmă 2 W, și alimentare laptop și microspectrometru prin portul USB de la laptop 6 W, în cazul în care bateria acestuia este descărcată și alimentarea s-a realizat de la bateria încărcată de la panoul solar. Bineînțeles, autonomia energetică poate fi crescută la peste 6 ore, în cazul în care laptopul și microspectrometrul sunt alimentate de la bateria laptopului. Rezultatele experimentale și evaluările privind autonomia energetică a sistemului de alimentare a componentelor electronice evidențiază faptul că set-up-ul experimental, cu încărcare de la panoul solar este fezabil, atât pentru etapa de prelucrare a probelor *on-site*  $\mu$ -SPE, cât și pentru analiza *ex-situ*. Deoarece, echipamentul SSETV- $\mu$ CCP-OES este unul portabil, astfel atât etapa de preconcentrare  $\mu$ -SPE și prelucrare *on-site* a probelor, cât și analiza propriu-zisă pot fi efectuate *on-site* la o autonomie de 16 ore (câte 8 ore în 2 zile).



**Figura 2.** Consumul de energie pentru preconcentrarea  $\mu$ -SPE *on-site* (a), respectiv pentru alimentarea echipamentului SSETV- $\mu$ CCP-OES (b) de la bateria încărcată de la panoul fotovoltaic

**Rezultate:** Implementarea *on-site* a unui echipament portabil autonom pentru preconcentrarea multielementală a  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  din probe de apă de suprafață pe cartușe  $\mu$ -SPE C18 funcționalizate cu ditizonă.