

**Tandem sursă de alimentare – vaporizator electrotermic miniaturizat –
microplasmă optimizată prin controlul riguros a temperaturii pentru
introducerea microprobelor lichide în μ CCP**

(Activitatea 1.4, CO-UBB)

În cadrul acestei activități a fost studiată evaporarea temporală a unor elemente de pe microfilamentul de Rh, folosind sursa programabilă Tenma 72-13360 (TENMA Inc., China) cu comandă printr-un program scris în Labview. Microproba lichidă cu un volum de 10 μ L a fost introdusă prin intermediul dispozitivului miniaturizat SSETV (Universitatea Babeș-Bolyai, Cluj-Napoca) prin evaporare electrotermică de pe microfilamentul de Rh cu diametrul de 250 μ m, puritate 99.9% (Goodfellow, Cambridge UK), prin încălzire timp de 10 s la 1500 °C (2,3 V și 4,56 A). Înaintea evaporării, microproba a fost uscată la 80 °C timp de 180 s, prin aplicarea unui potențial de 0,25 V și un curent de 1,93 A. Au fost înregistrate simultan spectrele de emisie episodice 3D (semnal - lungime de undă – timp), cu ajutorul microspectrometrului Maya2000 Pro (Ocean Optics, Dunedin, SUA), cu un timp de integrare de 100 ms per spectru episod. Observarea spectroscopică a microplasmei a fost realizată la înălțimea de 0,8 mm deasupra microelectrodului vârf de Mo, pe care se dezvoltă microplasma.

Calibrarea termică a microfilamentului de Rh a fost realizată pe două intervale de temperatură, 50–600 °C și 800–1600 °C, prin măsurarea temperaturii filamentului cu ajutorul senzorilor IR 3ML-CF1 și 1MH1-CF3 (Optris GmbH & Co.KG, Berlin, Germania). Sursa de alimentare TENMA 72-13360 a permis controlul temperaturii microfilamentului de Rh cu o precizie mai bună de 15 °C și o acuratețe de cel puțin ± 20 °C, la o valoare țintă de 1500 °C, menținută timp de 7 secunde, după ce filamentul a atins temperatura setată în aproximativ 3 secunde de la începutul încălzirii. O valvă bidirecțională SMCEVT307-5 DZ-01 F-Q, alimentată de sursa HY3003 Mastech (Premier Farnell, Leeds, Marea Britanie), a fost integrată pe traseul fluxului de argon pentru a controla direcția acestuia în timpul etapelor de uscare și vaporizare.

Figura 1 prezintă spectrele episodice de emisie înregistrate în urma evaporării unui volum de 10 μ L probă conținând 0,1 mg L⁻¹ Cd, Zn, Hg, 1 mg L⁻¹ Cu, Pb și 2 mg L⁻¹ Se. Figura 2 prezintă semnalele de emisie tranzitorii ale elementelor înregistrate la cele mai sensibile linii spectrale. Spectrul de emisie al arsenului a fost înregistrat separat utilizând o soluție monoelement de 2 mg L⁻¹, ca urmare a interferenței spectrale a liniei As la 228,812 nm cu cea a Cd la 228,802 nm.

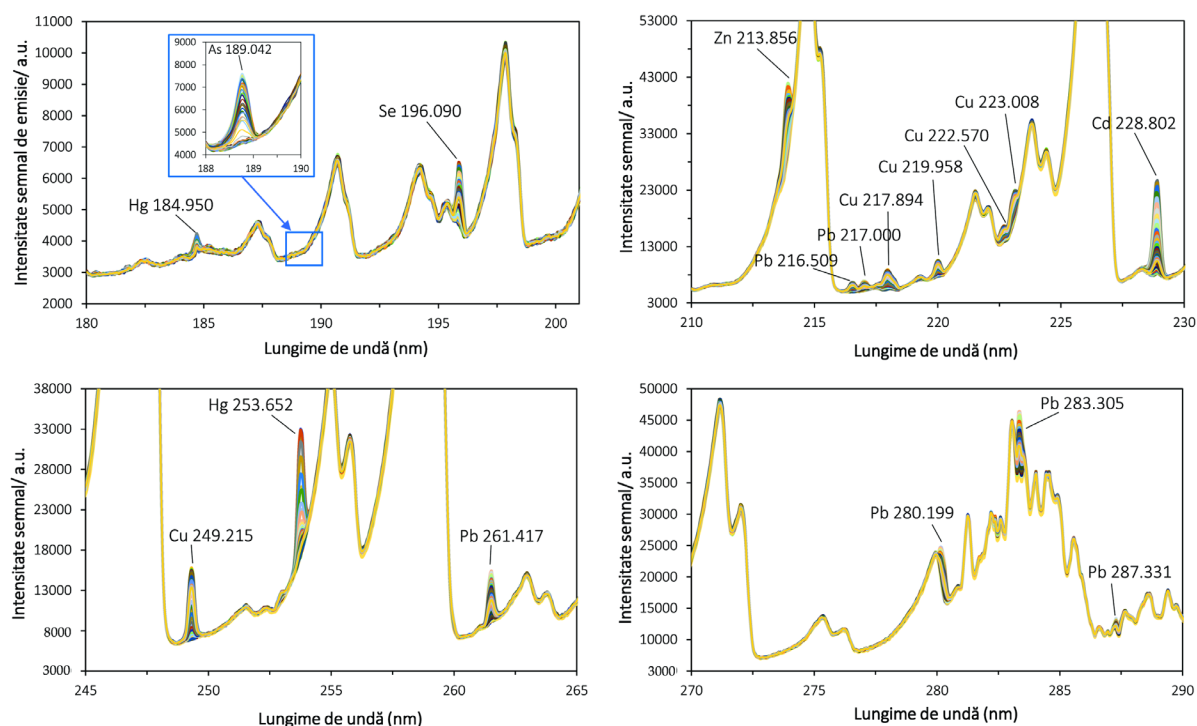


Figura 1. Spectre episodice de emisie al unei soluții de $0,1 \text{ mg L}^{-1}$ Cd, Zn, Hg; 1 mg L^{-1} Cu, Pb și 2 mg L^{-1} Se, înregistrate folosind metoda SSETV- μ CCP-OES. Arsenul a fost măsurat utilizând o soluție monoelementală de concentrație 2 mg L^{-1} . Condițiile de lucru au fost: 15 W putere plasmă, 150 mL min^{-1} debit Ar 5.0, $0,8 \text{ mm}$ înălțimea de observare deasupra microelectrodului vârf de Mo, 100 spectre episod înregistrate cu 100 ms timp de integrare, $1500 \pm 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ încălzire filament timp de 10 s . (AC. Mot, A.-I. Dudu, T. Frentiu, D. Petreus, E.-A. Levei, Z. Stupar, M. Frentiu, E. Covaci. *J. Anal. At. Spectrom.*, 2025, Advance article, DOI:10.1039/D5JA00297D)

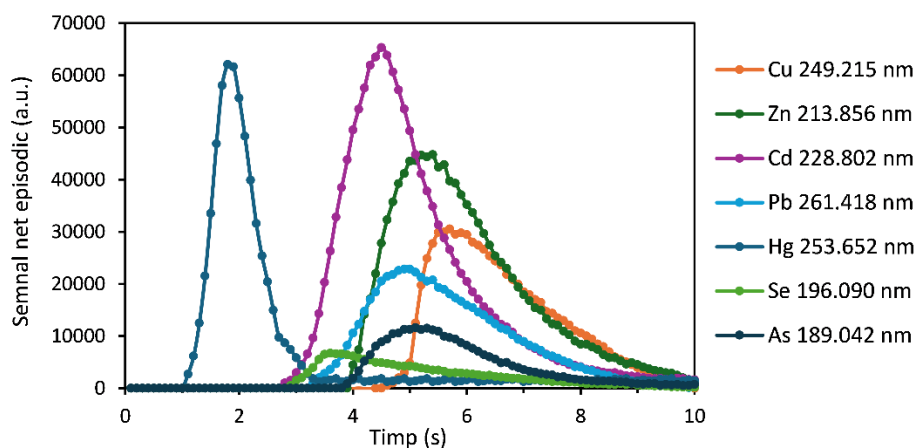


Figura 2. Semnalele tranzitorii ale elementelor înregistrate la cele mai sensibile linii spectrale, pentru un volum de probă de $10 \text{ }\mu\text{L}$ conținând $0,1 \text{ mg L}^{-1}$ Cd, Zn, Hg, 1 mg L^{-1} Cu, Pb și 2 mg L^{-1} Se. Arsenul a fost înregistrat utilizând o soluție monoelement de 2 mg L^{-1} . Condițiile de măsurare: uscare probă la $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ timp de 180 s , vaporizare probă la $1500 \pm 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ timp de 10 s , putere plasmă de 15 W , debit de argon de 150 mL min^{-1} , înălțime de observație de $0,8 \text{ mm}$ deasupra microelectrodului de molibden, înregistrarea a 100 de spectre episodice cu un timp de integrare de 100 ms pentru fiecare spectru episodic (AC. Mot, A.-I. Dudu, T. Frentiu, D. Petreus, E.-A. Levei, Z. Stupar, M. Frentiu, E. Covaci. *J. Anal. At. Spectrom.*, 2025, Advance article, DOI:10.1039/D5JA00297D)

Pe baza spectrului de emisie episodică a fost concluzionat că microplasma asigură o excitare a liniilor de emisie a elementelor cu o energie de excitare de sub 7,5 eV. Observarea spectroscopică la 0,8 mm a microplasmei a asigurat înregistrarea simultană a spectrului de emisie a elementelor. Deși a fost observată o evaporare tranzitorie diferită a elementelor, mai ales pentru Hg, datele experimentale au indicat faptul că încălzirea filamentului la 1500 ± 20 °C timp de 10 sec, permite înregistrarea semnalelor tranzitorii de emisie a elementelor cu energie de excitare de până la 7,5 eV, ceea ce este un avantaj major din punct de vedere aplicativ, necesitând o instrumentație simplă. Astfel, poate fi efectuată determinarea simultană a cel puțin 7 elemente de interes pentru mediu și controlul alimentelor, care vor fi studiate în activitățile și etapele următoare.

Rezultate: Operare tandem sursă de alimentare – vaporizator electrotermic miniaturizat optimizat pentru determinarea simultană a Cd, Cu, Zn, Hg, Pb, Se și As prin SSETV- μ CCP-OES de interes pentru mediu și alimente