

ANEXA Nr. 1

La Ordinul Nr. 6199/2020 (M.O. nr. 13/2021)

**Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru
Ecologie Industrială – ECOIND**
CUI 3268360

**EXTRAS DIN REGISTRUL DE EVIDENȚĂ
A REZULTATELOR ACTIVITĂȚILOR DE CERCETARE-DEZVOLTARE
ANUL 2024 – REZULTATE CD FINALE**

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRS3.2

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea stucturala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 3.II, Activitatea 3.1, perioada de derulare a proiectului 07.08.2024 – 14.11.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finanțare	Nr. 3N/ 2022	Data începere	03.01.2023	Plan / Program / Competiție	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	3289074 lei, din care: 330878 lei / faza nr. 3.II din care: 165000 lei/rezultat 1			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda calitativa pentru identificarea unor polimeri existenti in microplasticele prezente in diferite matrici de apa utilizand spectroscopia vibrationala
2. Categoria rezultatului 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final:

Detectia Raman a probelor a fost realizata prin microscopie confocala Raman în diferite conditii. Pentru dezvoltarea metodei de identificare a diferitelor tipuri de polimeri prin spectroscopia vibrationala s-a utilizat un Microscop – Olympus BX, microscop complet cu iluminator cu 2 pozitii si schimb motorizat care include camera video CMOS cu 5 Mpix controlata de PC, iluminare Koehler prin reflexie (energie LED 100W) si transmisie (energie LED 30W), condensor Abbe si 2 obiective 50 x (NA=0.50, WD 10.6mm) si 100 x (NA=0.9 WD= 0.21mm). Suportul rotativ cu filtre de densitate neutra, motorizat si controlat de PC are zece pozitii, utilizate pentru controlarea puterii laserului (incluzand valorile : 0.1%, 1%, 10%, 25%, 50%, 100%). Spectroscopul Raman utilizeaza laserul cu lungimea de unda 785 nm, inclusiv diodă laser răcită cu aer (785 nm/100 mW), set de filtre Edge și Bandpass pentru măsurători Raman de la 50 cm⁻¹. Echipamentul este prevazut cu software de cautare si identificare spectrala si analiza de date.

Pentru a determina conditiile de testare standardelor de microplastic acestea au fost testate utilizand laserul cu lungimea de undă de 785 nm. Probele de polietilena (PE), polipropilena (PP), polistiren (PS), politetrafluoretilena (PTFE) si policlorura de vinil (PVC) au fost excitate la o lungime de unda de 785 nm, iar spectrele Raman au fost colectate de cate trei ori. Spectrele rezultate după prelucrarea datelor sunt prezentate în figura 1. Spectrele Raman au prezentat niveluri ridicate de zgomot și intensități scăzute ale varfurilor, iar unele varfuri caracteristice pot fi obscure din cauza zgomotului și dificil de identificat, ceea ce a reprezentat provocari semnificative pentru analiza ulterioară a caracteristicilor și prelucrarea datelor. Pentru a îmbunătăți raportul semnal-zgomot și a micșora sau elimina zgomotul, în special pentru zgomotul de frecvență înaltă, se folosesc metode pentru preprocesarea semnalului.

Toate spectrele ulterioare au fost prelucrate în același mod. După calibrarea aparatului, semnalele Raman au fost colectate automat în fiecare scanare, punct cu punct, generand un spectru pentru fiecare punct analizat. Din datele experimentale obtinute, după testarea diferitelor tipuri de materiale plastice în diverse conditii, s-au determinat parametrii optimi pentru identificarea microplasticelor cu dimensiuni de 500 μm, utilizând un obiectiv cu mărire de 100×. Timpul total de integrare este de 3 s, iar spectrul Raman de interes se situează în intervalul 200 cm⁻¹÷1800 cm⁻¹. Există diferențe evidente între spectrele Raman ale diferitelor tipuri de plastice, cu pozitii diferite ale picurilor caracteristice.

PE are picuri tipice în jurul valorilor de 1067 cm⁻¹, 1132 cm⁻¹ și 1308 cm⁻¹, care sunt generate datorită vibrației de întindere a legăturii C=C a grupului functional din interiorul PE și a răsucirii CH₂.

PP are picuri tipice în jurul valorii de 808 cm⁻¹, care corespund balansării CH₂ și întinderii C=C.

PS are benzi unice în jurul valorilor 1001 cm⁻¹ și 1603 cm⁻¹, care sunt asociate cu întinderile C=C ale inelului aromatic și cu modul de întindere al nucleului C=CH aromatic.

PTFE are benzi unice în jurul valorilor de 732 cm⁻¹ și 1380 cm⁻¹, care corespund întinderii CF₂ și întinderii CF.

Spectrul Raman al **PVC** este dominat de banda de întindere C-Cl cuprinsă între 610 cm⁻¹ și 700 cm⁻¹ și banda de deformare CH₂ în jurul valorii de 1432 cm⁻¹.

Impact:

Microplasticele (MPs) au tendința de a rămâne în mediu pentru perioade semnificative de timp. Aceasta persistență se datorează faptului că microplasticele sunt compuse din materiale plastice durabile, cum ar fi polietilena (PE), polipropilena (PP), care sunt concepute să reziste degradării. Dimensiunile mici ale microplasticelor pot contribui la o rezistență crescută la procesele naturale de degradare. Această metodă de identificare va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să identifice tipurile de polimeri existenți în microplasticele recoltate și filtrate din diferite tipuri de apă și astfel, să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire.

Nu există impact de mediu negativ.

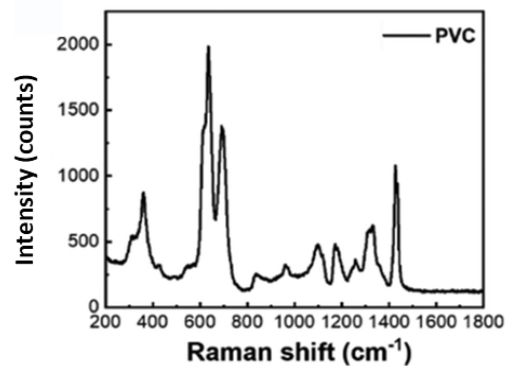
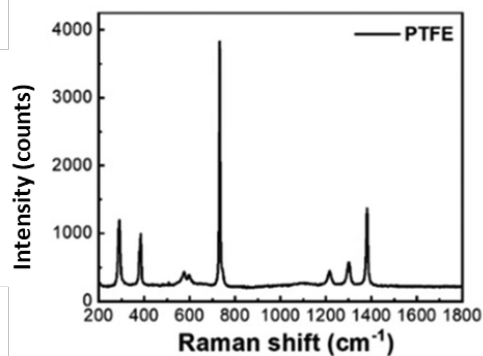
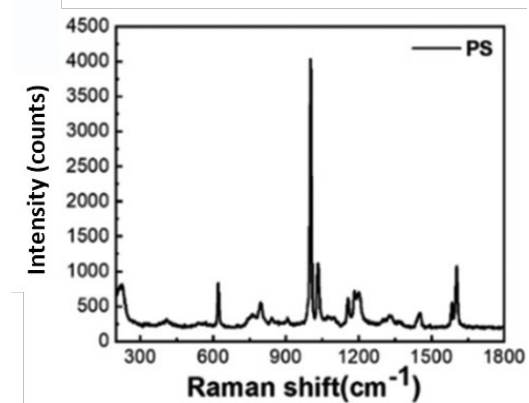
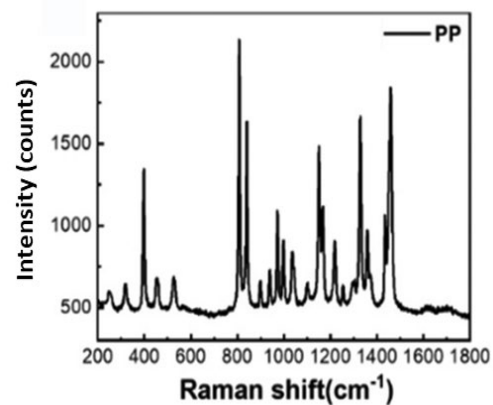
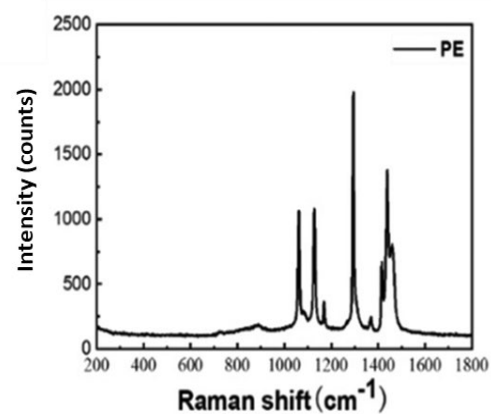


Figura 1. Spectrele Raman ale PE, PP, PS, PTFE și PVC

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]
	4.4. Sănătate	[X]
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	7 2 ; __ ; __	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fișa:
Rezultatul este final și constă într-o metodă calitativă de identificare a diferiților polimeri existenți în microplasticele colectate din probe de apă.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc TIMI

Centrul de cost TIMI-C-NUC-TRANS3

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Eng. Sorina Negrea

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 3, Activitatea 3.2, perioada de derulare a proiectului 03.01.2024 – 12.06.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finantare	Nr. 3N/ 2022	Data incepere	03.01.2023	Plan / Program / Competitie	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	2459643 lei, din care: 1449829 lei / faza nr. 1 din care: 385665 lei/rezultat 1			Valoarea contractului de finantare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metode electrochimice dezvoltate si validate de cuantificare a poluantilor emergenti persistenti de tipul acizilor perfluoroalchil sulfonici din matrici apoase prin detectie voltametrica si amperometrica
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final

Studiile experimentale realizate au vizat: (1) elaborarea unor procedee de detectie voltametrica a PFAS-urilor (PFDA - acidul perfluorodecanoic si PFOA - acidul perfluorooctanoic), aplicarea tehnicilor electrochimice de voltametrie puls diferentiala (VPD) si voltametrie cu unde patrute (VUP); (2) elaborarea unor procedee de detectie amperometrica a PFAS-urilor, aplicarea tehnicilor electrochimice de cronoamperometrie (CA) si amperometrie multi-puls (AMP); (3) validarea metodei voltametrice de detectie (voltametrie puls diferentiala - VPD) a poluantului emergent tinta - PFOA prin determinarea parametrilor de performanta (liniaritate; repetabilitate; precizie intermediara; exactitate; limita de detectie; limita de cuantificare; robustete; selectivitate; sensibilitate; regasire; incertitudinea de masurare). Studiile electrochimice au fost realizate folosind un potentiostat - galvanostat Autolab PGSTAT 302, controlat de un computer prin softul GPES 4.9 si o celula cu trei electrozi: electrod de lucru, contra-electrod de platina (Pt) si un electrod saturat de calomel (ESC) utilizat ca si electrod de referinta. S-a utilizat un electrodul comercial de diamant dopat cu bor (BDD) modificat prin electropolimerizare cu polimer imprimat molecular (MIP): amestec 2:1 (v/v) de solutie tampon acetat de sodiu 0.1 M (pH = 5.8) si metanol cu continut de o-fenilendiamina (o-PD) si PFOA de diferite concentratii. S-a elaborat procedeul voltametric de detectie indirecta a PFDA utilizand tehnica avansata de voltametrie puls diferentiala (VPD) in conditiile de operare optimizate PP 0.01V, AM 0.1V, ν 0.02 Vs⁻¹ si domeniul de potential -1V/ESC → +0.5V/ESC (figurile 1 a) si 1 b)).

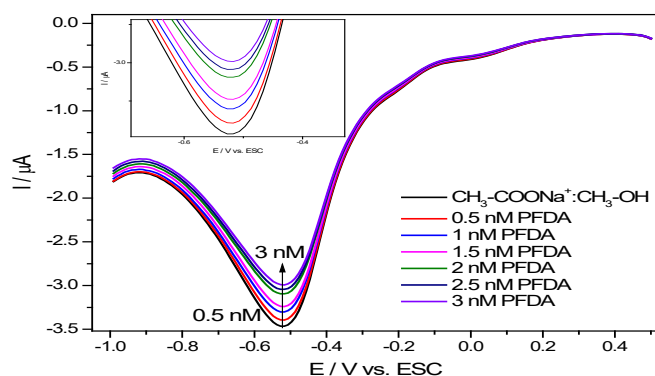


Figura 1. a) Voltamogramele puls diferentiale inregistrate in conditiile de AM 0.1 V, PP 0.01V, ν 0.02Vs⁻¹ cu electrodul BDD-MIP in electrolit suport CH₃-COONa⁺ 0.1 M:CH₃-OH si in prezenta concentratiilor de PFDA 0.5-3 nM; domeniul potential: -1V → +0.5V / ESC.

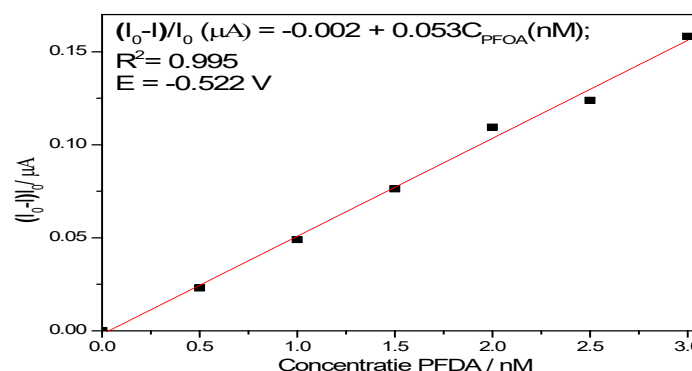


Figura 1. b) Curba de calibrare a intensitatii de curent corespunzatoare peak-ului de detectie la E = -0.522V/ESC vs. concentratia de PFDA.

Validarea procedeului voltametric de detectie indirecta a PFOA s-a facut pe matricea de apa de suprafata (Apa Bega) imbogatita cu PFOA, utilizand tehnica electrochimica de voltametrie puls diferentiala (DPV) in conditii optimizate de PP 0.01 V, AM 0.1V, ν 0,02 V·s⁻¹ in domeniul de potential 0 → 0.5V/ESC (figura 2a). Pe domeniul de concentratii 0.207-1.45 μg/L PFOA a fost obtinuta regresia liniara prezentate in figura 2b.

Tabelul 1. Parametrii de performanta determinati experimental pentru metoda DPV pentru PFOA

LOD, μg/L	LOQ, μg/L	RSDr, %	RSDR, %	Uex, %	Liniaritate, R
0.041	0.136	4.65	7.42	15	0.994

Randamentele de recuperare pentru matricea de apa de suprafata au indicat valori cuprinse intre 87% si 113% la concentratii de 0,207 μg/L PFOA, respectiv 0,828 μg/L PFOA (tabel 1).

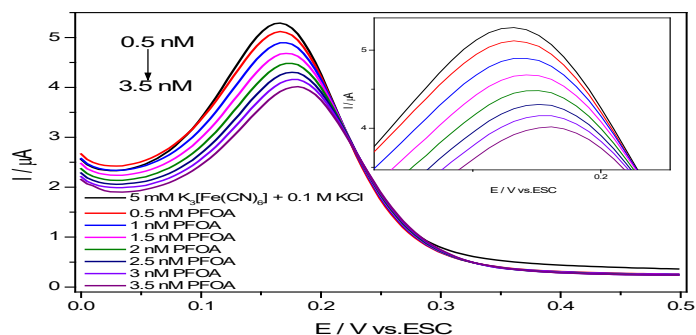


Figura 2. a) Voltamogramele puls diferențiale înregistrate în condițiile de AM 0.1 V, PP 0.01V, v 0.02Vs⁻¹ cu electrodul BDD-MIP în electrolit suport K₃[Fe(CN)₆] 5.0 mM + KCl 0.1 M și în prezența concentrațiilor de PFOA 0.5 nM-3.5 nM (0.207-1.45 μg/L) PFOA; domeniul potențial: 0V → +0.5V / ESC

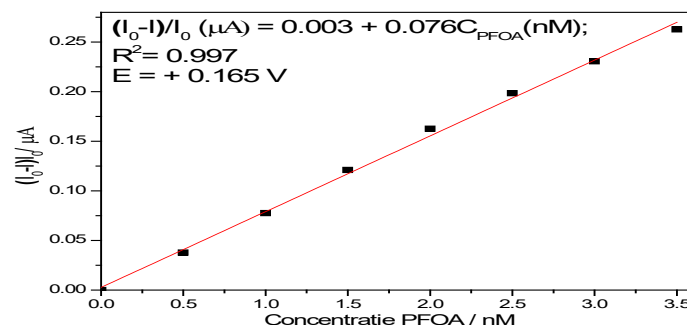


Figura 2. b) Curba de calibrare a intensității de curent corespunzătoare peak-ului de detecție la $E = +0.171$ V/ESC vs. concentrația de PFOA

Valorile obținute se încadrează în domeniul acceptat pentru nivelul de concentrație testat (< 1 μg/L), și anume valori cuprinse între 40% și 120% conform principiilor teoretice pentru validarea metodelor analitice. Conform Ordonanței nr. 7/2023 privind calitatea apei destinate consumului uman, concentrația maximă admisă pentru PFAS total este de 0.5 μg/L, valoarea de 0.14 μg/L a LOQ fiind sub această valoare.

Impact:

Contaminarea apei cu poluanți organici neconvenționali, cum ar fi acizii perfluoroalchil sulfonici (PFAS), a devenit o preocupare semnificativă datorită persistenței lor, potențialului de bioacumulare și potențialelor efecte adverse asupra sănătății umane și organismelor acvatice. Expunerea prelungită la niveluri ridicate de PFOA și PFDA a fost asociată cu diverse probleme de sănătate, inclusiv efecte de dezvoltare, toxicitate hepatică, disfuncții ale sistemului imunitar. Metodele dezvoltate pentru detecția PFOA și PFDA pot fi utilizate în laboratoarele agențiilor de economici și vor permite determinarea compusilor toxici direct la sursa de contaminare, putând obține astfel un rezultat în timp real, astfel încât să se identifice sursele de apă contaminate, să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire.

Nu există impact de mediu negativ.

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)		TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator		[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]		
	4.4. Sănătate	[X]		
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]		
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		7 2 ; ;		
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]		

F. Detaliati cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informatii suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat in fisa:

Rezultatul este final si consta din doua metode electrochimice de detectie a PFDA si PFOA din apa de suprafata utilizand electrozi comerciali de diamant dopat cu bor (BDD) modificati prin electropolimerizare cu polimer imprimat molecular (MIP).

Responsabil de proiect

Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Nr. A 3.3

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRANS3

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 3, Activitatea 3.3, perioada de derulare a proiectului 03.01.2024 – 12.06.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finantare	Nr. 3N/ 2022	Data incepere	03.01.2023	Plan / Program / Competitie	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	2459643 lei, din care: 1449829 lei / faza nr. 1 din care: 566260 lei/rezultat 2			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

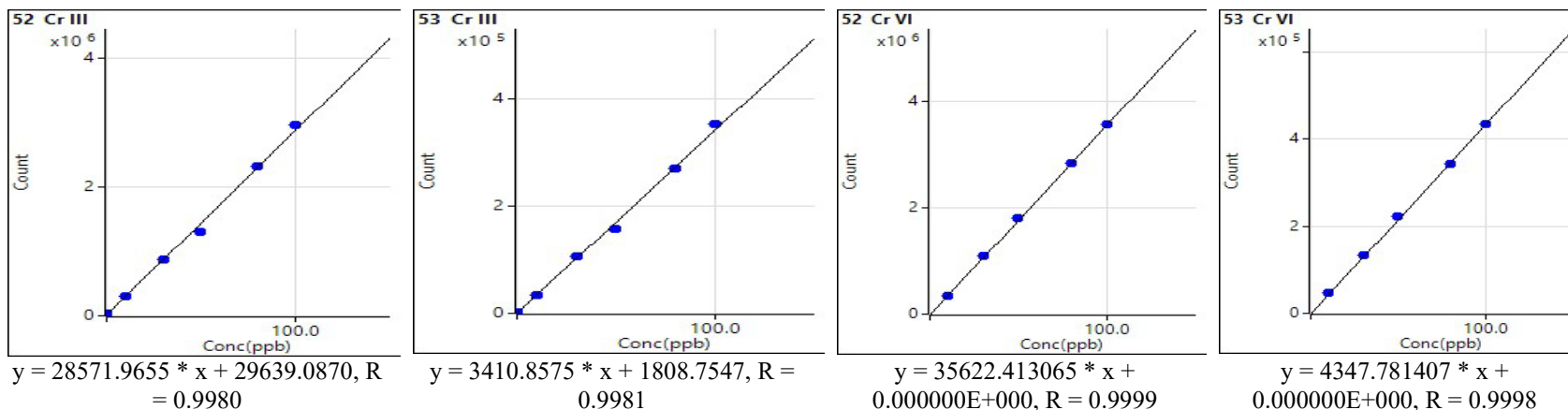
1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru detectia si cuantificarea speciilor de Cr din diverse matrici de apa (potabila, apa de suprafata si apa subterana) utilizand tehnica HPLC-ICP-MS
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final:

S-a elaborat o metoda analitica cantitativa simultana pentru identificarea si detectia Cr^{3+} si Cr^{6+} utilizand tehnica HPLC-ICP-MS din matrici apoase de mediu (apa potabila, apa de suprafata, apa subterana). Celula de coliziune a ICP-MS-ului a fost operata in modul heliu pentru a elimina interferențele poliatomice datorate matricei pentru ambii izotopi ai cromului (52 si 53), cum ar fi ArC și ClO . Abundenta izotopului 52 este de 9 ori mai mare decat cea a izotopului 53, astfel ca modificari in acest raport indica existenta unor interferente. Separarea celor 2 specii s-a realizat utilizand o faza mobila, care leaga Cr^{3+} de EDTA (tabel 1). In figura 1 sunt prezentate dreptele de regresie liniara obtinute pentru cele 2 specii, respectiv cei 2 izotopi.

Tabel 1. Parametrii optimi ai HPLC-ICP-MS pentru detectia speciilor de Cr

Parametrii HPLC	Parametrii ICP-MS
Coloana: Agilent G3268-80001, 4.6mm x 30 mm i.d.	RF Power: 1400 W;
Temperatura coloanei: temperatura ambientală;	Nebulizator pompa: 0,4 rps;
Volum injectat: 50 μL ;	Presiune gaz in Nebulizator: 1,10 L/min;
Faza mobila: amestec de 5 mM EDTA(2Na)/5mM NaH_2PO_4 /15mM Na_2SO_4 , pH=7	Temperatura interna in sistem: 35,1°C;
Debit faza mobila: 1,0 mL/min;	Debitul gazului in plasma: 15 L/min;
Elutie: in gradient	Debitul gazului auxiliar: 0,9 L/min;
Timp rulare proba: 6 min.	Debitul He: 4,3 mL/min.

**Figura 1.** Dreptele de regresie liniara pentru 52Cr^{3+} , 53Cr^{3+} , 52Cr^{6+} si 53Cr^{6+}

In tabelele 2 si 3 sunt prezentate valorile obtinute in procesul de evaluare a parametrilor de performanta, valori care se situeaza sub nivele acceptate ale preciziei (32%, RSD% calculat pe baza ecuatiei Horwitz, respectiv 21% cf. AOAC), respectiv ale recuperarii (60-115% pentru nivele de concentratie testate), conform pricipiilor teoretice pentru validarea metodelor analitice.

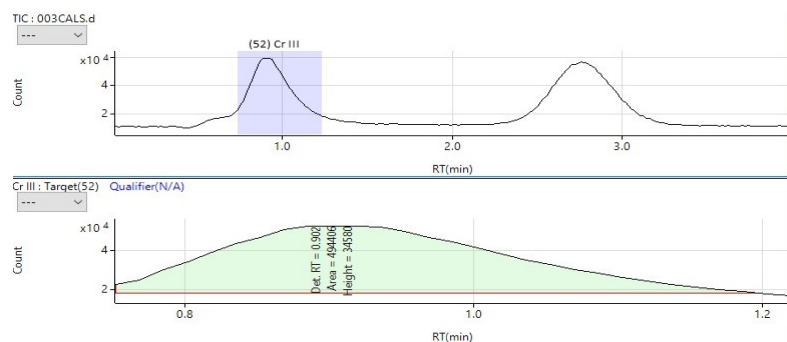
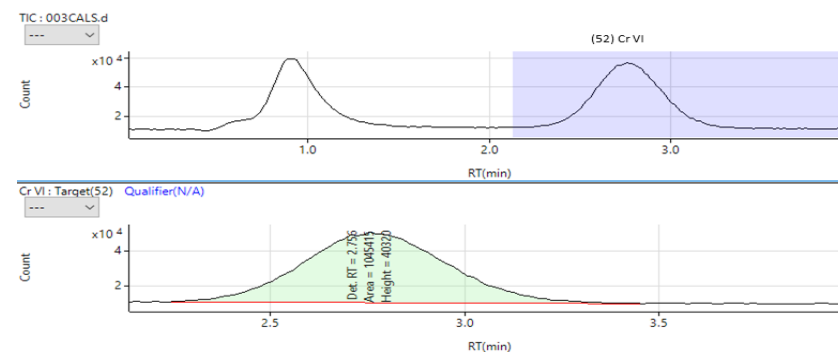
Tabel 2. Parametrii de performanta determinati experimental pentru metoda HPLC-ICP-MS

Specie	LOD, $\mu\text{g/L}$	LOQ, $\mu\text{g/L}$	RSDr, %	RSD _{ri} , %	Uex, %	Liniaritate, R
52Cr^{3+}	1.6	5.3	3.55	7.42	16.3	0,9980
53Cr^{3+}	2.33	7.8	3.82	6.90	15.7	0,9981
52Cr^{6+}	0.91	3.0	4.24	7.41	16.9	0,9999
53Cr^{6+}	0.67	2.0	4.39	7.43	17.5	0,9998

Limitele de cuantificare permit detectia unor concentratii de Cr^{6+} sub $3 \mu\text{g/L}$, in timp ce metoda standardizata ce utilizeaza tehnica UV-Vis are ca limita de cunatificare $50 \mu\text{g/L}$.

Tabel 3. Radamentele de recuperare obtinute pe diferite tipuri de ape

Specie / nivel de concentratie	Randament de recuperare (%)							
	Apa robinet		Apa imbuteliata		Apa suprafata		Apa subterana	
	$10 \mu\text{g/L}$	$30 \mu\text{g/L}$	$10 \mu\text{g/L}$	$30 \mu\text{g/L}$	$10 \mu\text{g/L}$	$30 \mu\text{g/L}$	$10 \mu\text{g/L}$	$30 \mu\text{g/L}$
52Cr^{3+}	115	97,6	104	95,8	91	113	113	111
53Cr^{3+}	112	105	98,1	113	81,8	112	87,3	100,7
52Cr^{6+}	97,6	96,2	92,3	95,6	85,9	86,9	106	100,8
53Cr^{6+}	96,2	95,1	98,5	96,9	86,9	87,7	108	102

**Fig. 2.** Cromatograma speciei 52Cr^{3+} **Fig. 3.** Cromatograma speciei 52Cr^{6+}

In figurile 2 si 3 sunt prezentate cromatogramele celor 2 specii de Cr corespunzatoare izotopului 52, a carui abundenta este predominanta.

Metoda a fost aplicata pentru determinarea speciilor de Cr din apa potabila, apa imbuteliata, apa de suprafata, apa subterana.

Impact:

Cromul poate patrunde in apa fie din surse antropice, fie din surse naturale. Mobilitatea, biodisponibilitatea si toxicitatea celor doua stari de oxidare difera foarte mult. Compusii cu Cr^{3+} sunt in general imobili si putin solubili comparativ cu compusii cu Cr^{6+} , care prezinta o mobilitate, solubilitate si biodisponibilitate mare. Cr^{3+} este considerat esential pentru reglarea insulinei si pentru metabolismul glucozei, in timp ce Cr^{6+} este toxic si cancerigen. Diferentele semnificative referitoare la proprietatile biochimice ale celor doua specii de crom arata ca exista o nevoie evidenta de cuantificare individuala a celor doua specii, deoarece continutul total nu pune in evidenta continutul toxic dat de specia Cr^{6+} . Această metodă va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să identifice sursele de apă contaminate, în special în sursele de apă subterana, surse în care a fost identificata prezenta Cr^{6+} , să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire. Nu exista impact de mediu negativ

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)		TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]	
	4.4. Sănătate	[X]	
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]	
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		7 2 ; __ _ _	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou [X]		

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fișă:
Rezultatul este final și constă dintr-o metodă de determinare simultană a speciilor de Cr (Cr^{3+} și Cr^{6+}) din matrice apoasă.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRANS3

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 3, Activitatea 3.4, perioada de derulare a proiectului 03.01.2024 – 12.06.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finantare	Nr. 3N/ 2022	Data incepere	03.01.2023	Plan / Program / Competitie	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	2459643 lei, din care: 1449829 lei / faza nr. 1 din care: 497904 lei/rezultat 3			Valoarea contractului de finantare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru cuantificarea compusilor iodo-trihalometanilor din ape supuse potabilizarii
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final / intermediar

S-a elaborat o metoda analitica cantitativa simultana HS-SPME-GC-MS/MS pentru trihalometani cu iod, clor si brom prezenti in apa potabila. Pentru izolarea esterilor corespunzatori a fost aleasa o fibra SPME acoperita cu polidimetilsiloxan (PDMS) care a prezentat performante superioare de concentrare a analitilor comparativ ce alte tipuri de fibre testate (DVB/C-WR/PDMS , DVB/DDMS si poliacrilat). Parametrii de identificare ai I-THM prin spectrometrie de masa sunt prezentati in tabelul 1.

Tabel 1. Parametri optimi pentru detectia I-THM

Parametri SPME	Parametri GC	Parametri MS
Fibra PDMS (36SP08A1-SM)	Gaz Gromatograf Thermo 1310	Spectrometru de masa Thermo TSQ 8000 EVO
Grosime film : 100µm	Coloana TG-5MS, 60m x0.25mm x 0.250µm	achizitie SIM (Single Ion Monitoring)
Volum proba: 10 mL	Eluare cu He 6.0, 1 mL/min	Temperatura linie de transfer: 280 °C
Conditii de incubare: 50°C (20 min)	Injector: 200°C, splitless	Timp de scanare, 500 msec
Conditionarea fibrei: 150°C (50 min)	Program de incalzire: 50°C (5 min), 5°C/min pana la 150°C, 25°C/min pana la 250°C(5 min)	
Mod de preluare a analitilor: adsorbtie head-space		
Durata 40 min	Durata: 35 min	

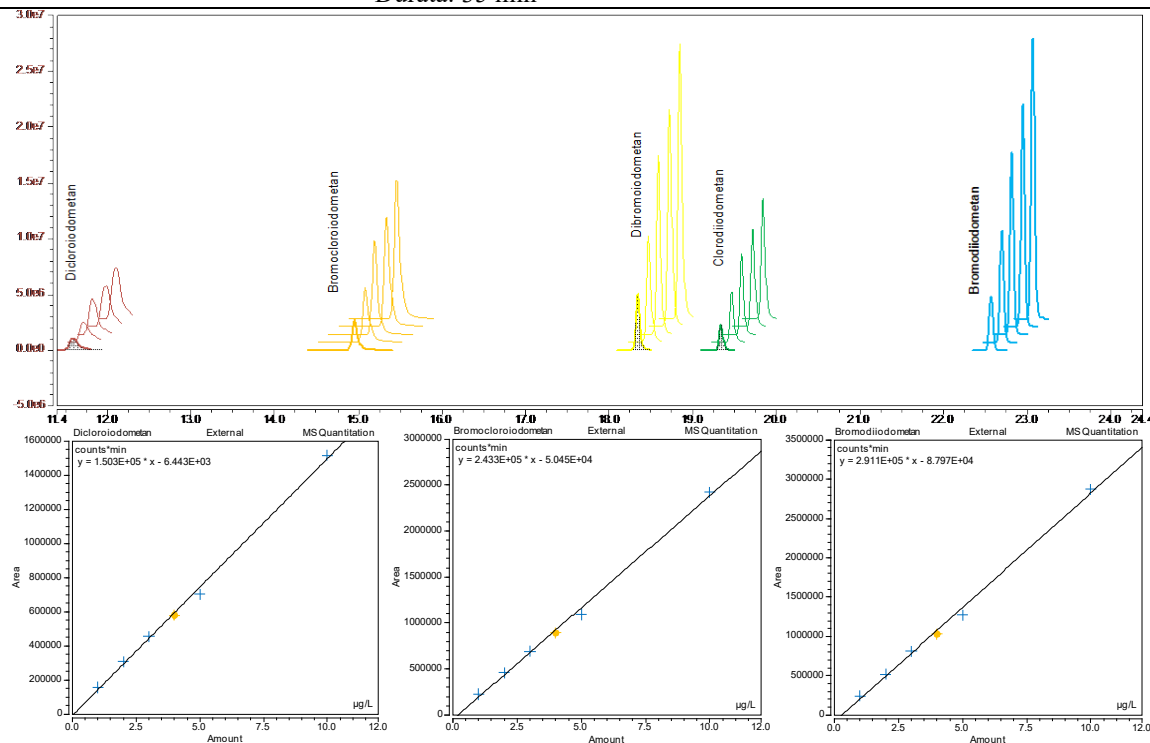


Fig. 1. Cromatograme suprapuse ale solutiilor de calibrare pentru compusii I-THM studii si drepte de regresie liniara corespunzatoare
Cromatograme suprapuse ale solutiilor de calibrare pentru compusii I-THM studii si drepte de regresie liniara corespunzatoare sunt prezentate in figura 1.

În absența acestor compuși în biblioteca MS utilizată (NIST 14), a fost evaluat mecanismul de fragmentare a compusilor studiați. Testările asupra detecției în mod Selected Reaction Monitoring (SRM) au dus la performanțe analitice inferioare modului Single Ion Monitoring (SIM), fapt datorat fragmentării avansate a I-THM în urma ionizării EI. Toți compuşii studiați au ca principal mecanism de ionizare pierderea unui atom de iod, formându-se astfel o pereche de ioni M-127 și 127. Din acest motiv au fost aleși principalii ioni rezultați în urma fragmentării compusilor I-THM, conform exemplului din tabelul 2.

Tabel 2. Profilul de fragmentare a I-THM

Compus analizat	Structura	Fragment cuantificare	Fragment confirmare	Profil de fragmentare
Dicloriodometan			I	
Bromocloriodometan			I	
Dibromiodometan			I	
Clorodiiiodometan			I	
Bromodiiiodometan			I	

Tabel 3. Parametrii de performanță determinați experimental pentru metoda de analiză a compusilor I-HAA

Compus analizat	Timp retenție, min.	Ion Cuantificare	Ion Confirmare	R ²	Rec. apă potabilă	LOQ ng/L
Dicloriodometan	11.60	85	127	0.9987	80.2%	1.2
Bromocloriodometan	14.75	129	127	0.9983	89.1%	0.7
Dibromiodometan	18.35	173	127	0.9984	92.6%	0.7
Clorodiiiodometan	19.35	175	127	0.9982	91.0%	40.8
Bromodiiiodometan	22.37	219	127	0.9981	96.0%	0.3

Limitele de cuantificare au variat între 0.3 și 41 ng/L, metoda putând fi aplicată analizei urmelor de I-THM din ape potabilizate (tabel 3). Gradul de recuperare a fost evaluat utilizând apa de robinet în care s-a adăugat o concentrație a I-THM de 2 ng/mL. Au fost obținute valori ale randamentului de recuperare cuprinse între 80 și 96%, valori situate în intervalul limitelor acceptate pentru nivelul de concentrație testat ($< 1 \mu\text{g/L}$), care este cuprins între 40% și 120% conform principiilor teoretice pentru validarea metodelor analitice.

Impact:

În urma potabilizării cu agenți de dezinfectie cu clor (Cl_2 , cloramina etc) se pot forma produși de dezinfectie cu efecte negative asupra sănătății consumatorilor. Din acest motiv, în prezent, trihalometanii și acizii haloacetici cu Cl și Br au valori normate ale concentrației în apa potabilă. Prezența naturală sau antropică a urmelor de ioni de iodură în apele supuse potabilizării conduce la apariția ionului iodat, care în prezența materiei organice conduce la apariția unor produși de dezinfectie cu iod în structură. Trihalometanii cu iod (I-THM) fac parte dintre acești compuși și, în timp ce riscurile pentru sănătate asociate cu cloroformul și cu alți cloro-THM sunt bine documentate, toxicitatea I-THM este mai puțin bine înțeleasă, studiile sugerând toxicitate mult mai ridicată decât omologii lor clorurați. Această metodă va permite cuantificarea trihalometanilor cu iod, clor și brom prezenți în apa potabilă, realizându-se un control la nivelul uzinelor de apă în condițiile utilizării dezinfectiei cu clor.

Nu există impact de mediu negativ.

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)		TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator			[X]
4. Domeniul de cercetare		4.3. Mediu	[X]		
		4.4. Sănătate	[X]		
		4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]		
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		7 2 ; __ ; __			
6. Caracterul inovativ		6.5. Serviciu nou [X]			
	Conferință poster	27th International Symposium „Environment and Industry” SIMI 2024, 19-20.09.2024, Constanta, Romania	A new method for iodo-trihalomethanes in drinking water using HS-SPME-GC-MS/MS	Nicolae Ionuț Cristea, Ana Ioana Paris, Victor Constantin Cojocaru, Florentina Laura Chiriac	

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fisă:
Rezultatul este final și constă într-o metodă analitică cantitativă simultană HS-SPME-GC-MS/MS pentru cuantificarea trihalometanilor cu iod, clor și brom prezenți în apa potabilă.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Nr. A 3.3

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRS3.2

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 3.II, Activitatea 3.3, perioada de derulare a proiectului 07.08.2024 – 14.11.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finantare	Nr. 3N/ 2022	Data incepere	03.01.2023	Plan / Program / Competitie	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	3289074 lei, din care: 330878 lei / faza nr. 3.II din care: 165878 lei/rezultat 2			Valoarea contractului de finantare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru detectia si cuantificarea speciilor de Hg din diverse matrici de apa (potabila, apa de suprafata si apa subterana) utilizand tehnica HPLC-ICP-MS
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final

Aceasta activitate a avut ca scop dezvoltarea, optimizarea si validarea unei metode analitice pentru detectia si cuantificarea simultana a speciilor de mercur anorganic (Hg^{2+}) si mercur organic sub forma de metilmercur (MeHg) din diverse matrici de apa (apa potabila, apa de suprafata si apa subterana) utilizand tehnica cromatografiei de lichide de inalta performanta (HPLC) cuplata cu spectrometria de masa cu plasma cuplata inductiv (ICP-MS). Parametrii optimizati ai cromatografului si ai spectrometrului de masa sunt prezentati in tabelul 1.

Tabelul 1. Parametrii optimi ai echipamentului HPLC-ICP-MS pentru detectia speciilor de Hg

Parametrii HPLC	Parametrii ICP-MS
Coloana: Thermoscientific Hypersil GOLD, 150mm x 4.6 mm Temperatura coloanei: temperatura ambientală; Volum injectat: 75 μL ; Faza mobila: 1 g/L L-cisteina Debit faza mobila: 1.0 mL/min; Elutie: in gradient Timp rulare proba: 7 min.	RF Power: 1550 W; Nebulizer pump: 0,4 rps; Preziune gaz in Nebulizator: 1,10 L/min; Temperatura interna in sistem: 35,1°C; Debitul gazului in plasma: 15 L/min; Debitul gazului auxiliar: 0,9 L/min; Debitul He: 4,3 mL/min.

Pentru dezvoltarea metodei de speciere a mercurului din probe de apa s-a realizat o curba de calibrare in domeniul 0,1 $\mu\text{g/L}$ ÷ 1,0 $\mu\text{g/L}$. Pentru Hg^{2+} s-a utilizat un MRC de 1000 mg/L Hg in acid azotic 2%, pentru metilmercur (MeHg) s-a utilizat ca MRC clorura de metilmercur de puritate 95%. Datele experimentale au indicat L-cisteina ca faza mobila optima, datorita faptului ca s-au putut separa pentru 2 specii de Hg toti cei 4 izotopi (Hg^{199} , Hg^{200} , Hg^{201} si Hg^{202}), fiind totodata si o solutie mai putin toxica decat amestecul de acetat de amoniu, etanol si mercapto-etanol. In tabelul 2 sunt prezentati limita de detectie, limita de cuantificare, valorile preciziei si incertitudinea de masurare pentru cele 2 specii, fiecare cu cate 4 izotopi.

Tabelul 2. Parametrii de performanta determinati experimental pentru metoda HPLC-ICP-MS

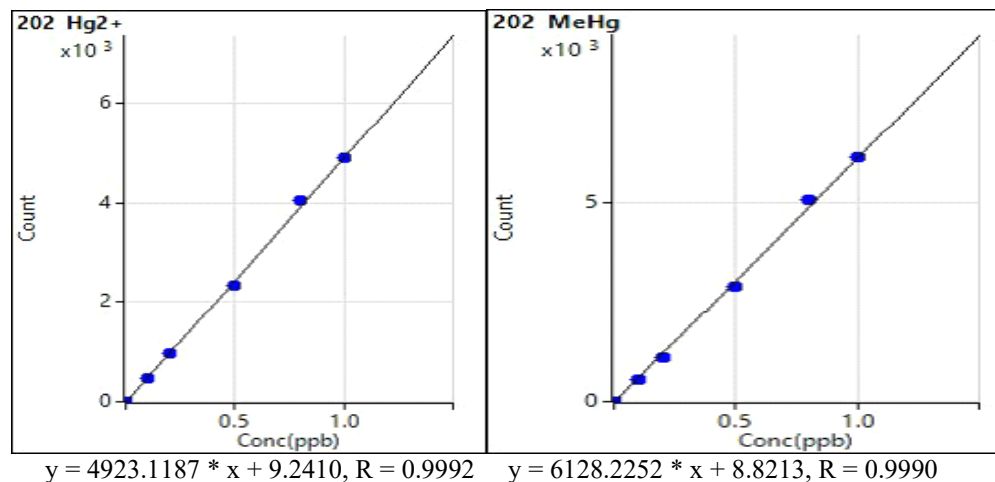
Izotop specie Hg	LOD, $\mu\text{g/L}$	LOQ, $\mu\text{g/L}$	RSDr, %	RSD _{ri} , %	U _{ex} , %	Liniaritate, R
199 Hg^{2+}	0,03	0,11	10,06	11,66	26.30	0.9981
200 Hg^{2+}	0,07	0,24	9,35	11,66	32.03	0.9978
201 Hg^{2+}	0,13	0,42	8,59	16.05	32.77	0.9990
202 Hg^{2+}	0,05	0,17	6,91	8,76	26.26	0.9992
199 MeHg	0,05	0,18	7,54	10,91	30.94	0.9995
200 MeHg	0,03	0,10	9,00	10,73	27.01	0.9997
201 MeHg	0,06	0,20	7,92	12,39	35.79	0.9970
202 MeHg	0,03	0,11	6,91	10,93	25.89	0.9990

Rezultatele obtinute pentru randamentele de recuperare au fost situate in intervalul 52.4 % ÷ 112.7% (tabelul 3), reprezentand media aritmetica a 5 determinari. Conform principiilor teoretice pentru validarea metodelor analitice, pentru o concentratie de 1 $\mu\text{g/L}$ randamentul de recuperare trebuie sa fie cuprins in intervalul 40 % ÷ 120%.

Tabelul 3. Radamentele de recuperare obtinute pe diferite tipuri de ape, %

Izotop specie Hg	Apa robinet	Apa suprafata			Apa foraj
		Priza Olt	Cremenari	Babeni-Marcea	
199Hg²⁺	99.5	93.8	97.4	93.8	59.6
200Hg²⁺	103	85.9	90.4	82.3	52.4
201Hg²⁺	102.4	87.1	99.7	92.3	58.5
202Hg²⁺	102.8	76.6	95.7	90.9	57.1
199MeHg	105.3	109.4	115.8	114.8	107.9
200MeHg	102.4	104.6	106.9	113.9	108.5
201MeHg	106.8	106.5	113.3	110.1	104.7
202MeHg	110.7	107.8	109.7	90.04	112.7

In figura 1 sunt prezentate dreptele de regresie liniara pentru Hg²⁺ si MeHg pentru izotopul 202, care prezinta cele mai bune valori ale parametrilor de performanta evaluati.

**Figura 1.** Dreptele de regresie liniara pentru Hg²⁺ si MeHg**Impact:**

Mercurul este unul din cele mai toxice elemente pentru sanatatea fiintei umane si a ecosistemelor, acesta patrundand in mediu datorita factorilor antropici (proces industriale, procese de ardere, productie de aur etc.) sau naturali (vulcan, etc.). Speciile chimice ale Hg au diferite roluri in toxicitatea, biochimia si biodisponibilitatea mercurului. Desi continutul total de Hg este utilizat pentru evaluarea impactului ecologic si a riscului asupra sanatatii, este foarte important sa se faca distinctie intre formele toxice ale compusilor alchilati (in principal metil-Hg) si celelalte forme mai putin toxice, formele anorganice ale Hg. Odata format, metil-Hg-ul se bioacumuleaza in lantul trofic acvatic (cu factori de biocumulare pana la 10^6), conducand la o crestere a nivelului de expunere si astfel conducand la un risc ridicat de toxicitate. Această metodă de cuantificare a Metil-Hg si Hg²⁺ va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire.

Nu exista impact de mediu negativ

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)		TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]	
	4.4. Sănătate	[X]	
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]	
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		7 2 ; __ _ ; __ _	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]	

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fișă: Rezultatul este final și constă într-o metodă de cuantificare a speciilor de Hg (Hg^{2+} și Metil-Hg) din diferite tipuri de probe de apă.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRANS4

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 4 (partea I), Activitatea 4.1, perioada de derulare a proiectului 13.06.2024 – 22.11.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finanțare	Nr. 3N/ 2022	Data începere	03.01.2023	Plan / Program / Competiție	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	3289074 lei, din care: 1009814 lei / faza nr. 4 (partea I)			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru detectia unor poluanti organici neconventionali de tipul acizilor perfluoroalchil sulfonici in namolul deshidratat al statiilor de epurare
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final:

S-a elaborat o metoda analitica cantitativa simultana pentru analiza PFAS din nămol, folosind cromatografia de lichide cuplată cu spectrometria de masă în tandem (LC-MS/MS), corelată cu extracția asistată de ultrasunete (UAE). S-au detectat și cuantificat compusii organici perfluorinați (PFBA, PFMPA, 4:2 FTSA, HFPO-DA, NFDHA, PFBS, PFEESA, PFHxA, PFMBA, PFPeA, DONA, PFHpA, PFHxS, 6:2 FTSA, PFHpS, PFOA, PFNA, PFOS, 9CI-PF3ONS, 8:2 FTSA, PFDA, PFNS, 11CI-PF3OudS, PFDoDA, PFDS, PFOSA, PFUnDA) din nămolul stațiilor de epurare.

Pentru optimizarea metodei, au fost efectuate teste preliminare utilizând două coloane cromatografice, diverși modificatori (la diverse concentrații) ai fazei mobile pentru a crește ionizarea în sursa de ionizare electrospray (ESI), diverși parametrii, gradientul de elutie, și temperatura coloanei. Astfel, au fost stabiliți parametrii optimi pentru separarea lichid-cromatografică a celor nouă analiti precum și condițiile pentru utilizarea sistemului LC-MS/MS. Coloana utilizată a fost Avantor ACE PFAS Delay, cu dimensiunile de 10 x 2.1 mm și o dimensiune a porilor de 2.0 μm, complementată de o precoloană Avantor ACE HTP-MS de 50 x 2.1 mm, care a contribuit la îmbunătățirea separării analitelor. Temperatura de operare a coloanei a fost setată la 35°C, asigurând astfel stabilitatea și eficiența procesului de separare. Volumul de injecție a fost stabilit la 5 μl, o alegere care permite o detecție fezabilă a concentrațiilor scăzute de PFAS din probe. Faza mobilă a fost compusă dintr-o soluție de acetat de amoniu 2 mM amestecată cu metanol (MeOH) la aceeași concentrație, facilitând astfel ionizarea eficientă a analitelor în sursa de ionizare electrospray. Debitului fazei mobile a fost de 0.4 ml/min, un parametru esențial pentru asigurarea unui flux constant și a unei separări adecvate. S-a utilizat un raport optimizat de solvent de 20:80 H₂O/MeOH, pentru a permite o extracție corespunzătoare a compușilor din matricea complexă a nămolului.

Metoda lichid-cromatografică a dus la separarea cel puțin la linia de baza a analitelor, fapt ce a permis setarea tranzițiilor MRM de identificare și cuantificare a analitelor pe segmente individuale de timp (tabel 1).

Tabelul 1. Ferestrele de achiziție setate pentru detecția cât mai sensibilă a analitelor investigați

Index	Start Time (min)	Scan Type	Ion Mode	Div Valve	Store
1	0	MRM	ESI	To Waste	No
2	3.2	MRM	ESI	To MS	Yes
3	4.4	MRM	ESI	To MS	Yes
4	4.9	MRM	ESI	To MS	Yes
5	6.3	MRM	ESI	To MS	Yes
6	7.1	MRM	ESI	To MS	Yes
7	7.9	MRM	ESI	To MS	Yes
8	8.5	MRM	ESI	To MS	Yes
9	8.85	MRM	ESI	To MS	Yes
10	9.3	MRM	ESI	To MS	Yes
11	10.6	MRM	ESI	To Waste	No

Parametrii sursei de ionizare au fost ajustați la modul de ionizare electrospray negativ, temperatura gazului de uscare setată la 300°C, cu un debit al acestuia de 9 L/min, presiunea nebulizatorului la 30 psi și voltajul pe capilara ionizatoare la 1500 V. Cromatogramele obținute după optimizarea parametrilor MS și ESI sunt prezentate în Figura 1.

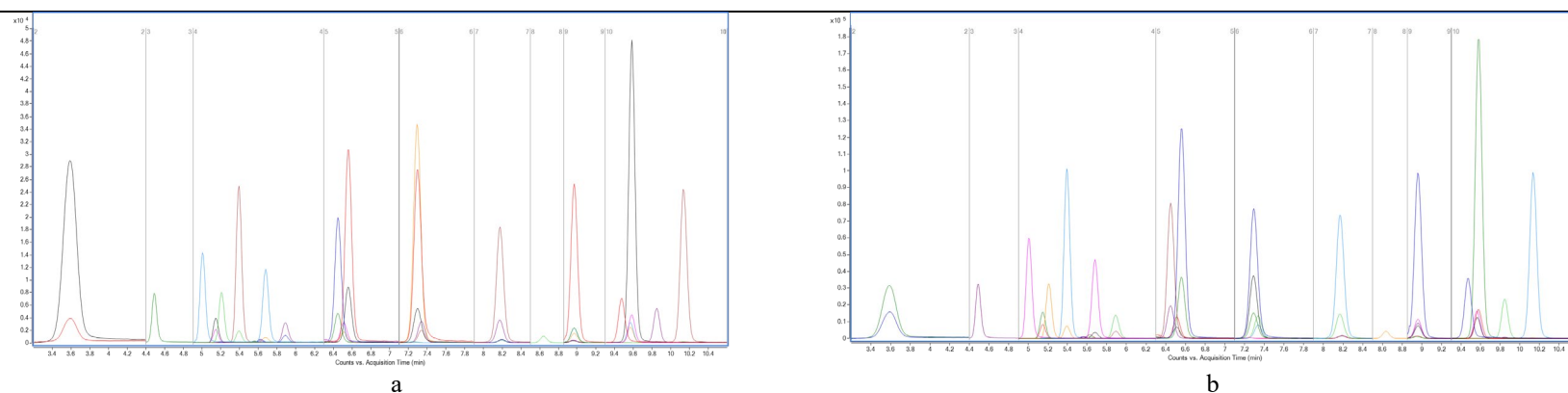


Figura 1. Cromatogramele MRM pentru PFAS la a. 10 µg/L si b. 50 µg/L

Testarea liniarității metodei s-a realizat prin construirea unei curbe de calibrare în intervalul $0.02 \div 0.06 \mu\text{g/g}$ ($10 \div 300 \mu\text{g/L}$). Rezultatele au demonstrat că toate curbele de calibrare au prezentat coeficienți de corelație (R^2) mai mari de 0.999, ceea ce confirmă o relație liniară solidă între semnalele analitice și concentrațiile analitilor (figura 2).

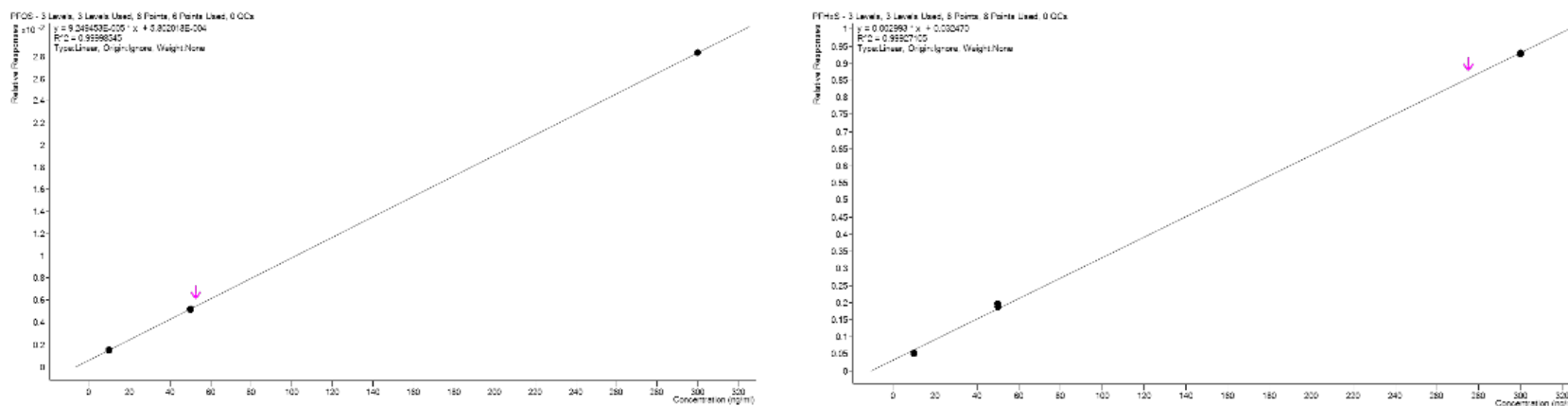


Figura 2. Curbele de calibrare pentru 2 dintre compusii PFAS

Repetabilitatea a fost stabilită prin injectarea repetată a aceleiași probe, iar rezultatele au arătat valori ale coeficientului de variație relativ (RSDr) de obicei între $1 \div 5\%$. Aceste valori indică o bună repetabilitate și o performanță analitică de încredere, aspecte esențiale în analiza PFAS, date fiind complexitățile asociate acestor substanțe.

Limitele de detecție au variat între 0.004 și 0.037 $\mu\text{g/g}$, demonstrând o sensibilitate excelentă a metodei (figura 4). În concluzie, rezultatele obținute în urma verificării parametrilor metodei LC-MS/MS subliniază eficiența acesteia în analiza compușilor PFAS, evidențiind robustețea, precizia și selectivitatea esențiale pentru monitorizarea acestor substanțe contaminante în medii complexe, cum ar fi nămolul provenit din stațiile de epurare.

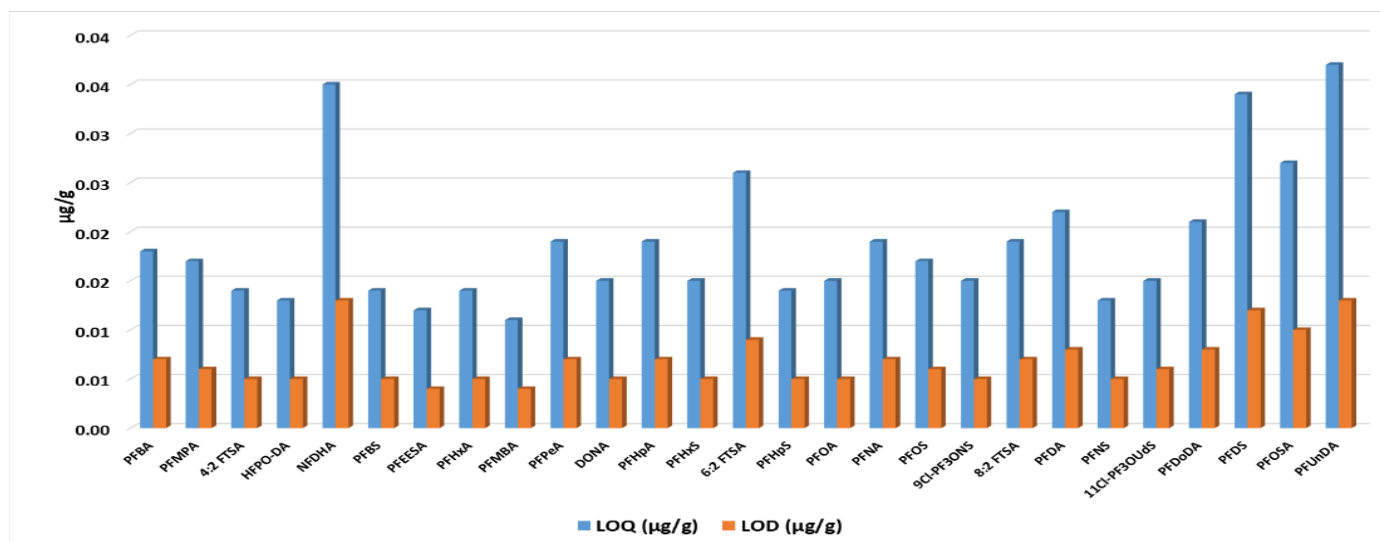


Figura 4. LOD si LOQ corespunzatoare compusilor analizati

Impact:

Compușii perfluorinați (PFAS) reprezintă o clasă de substanțe chimice asociate cu efecte negative asupra sănătății umane și a mediului, având capacitatea de a perturba funcția endocrină și de a se acumula în lanțul trofic. Acești compuși sunt extrem de rezistenți și pot migra cu ușurință în mediile acvatice, inclusiv în apele uzate, dar și în nămolurile rezultate din procesele de epurare. Având în vedere impactul lor semnificativ, este esențial să se dezvolte metode de detecție și cuantificare eficiente. Această metodă va permite cuantificarea a 28 de compuși organici perfluorurati din namolul statiilor de epurare, realizandu-se un control la nivelul statiilor de epurare. Astfel, aplicarea metodei va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire. Nu exista impact de mediu negativ

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator		[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]	
	4.4. Sănătate	[X]	
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]	
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	I7I12I; I_II_I;I_II_I		
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]	

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fisă:
Rezultatul este final și constă într-o metodă analitică cantitativă simultană pentru detectia compusilor organici perfluorinați (PFBA, PFMPA, 4:2 FTSA, HFPO-DA, NFDHA, PFBS, PFEESA, PFHxA, PFMBa, PFPeA, DONA, PFHpA, PFHxS, 6:2 FTSA, PFHpS, PFOA, PFNA, PFOS, 9Cl-PF3ONS, 8:2 FTSA, PFDA, PFNS, 11Cl-PF3OudS, PFDoDA, PFDS, PFOSA, PFUnDA) din namolul stațiilor de epurare.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRS4.2

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea stucturala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 4 (partea II), Activitatea 4.2, perioada de derulare a proiectului 07.08.2024 – 22.11.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finanțare	Nr. 3N/ 2022	Data începere	03.01.2023	Plan / Program / Competiție	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	3289074 lei, din care: 240546 lei / faza nr. 4 (partea II)			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru detectia unor compusi azolici antifungici din namol rezidual
2. Categoria rezultatului* 2.4. Procedee, metode	Rezultat final

Caracteristici ale rezultatului final :

În cadrul activității a fost dezvoltată și validată o metodă UE-SPE-LC-MS/MS pentru extracția și cuantificarea compușilor azolici din două clase chimice diferite (imidazoli și triazoli): fluconazol, OH-tebuconazol, clotrimazol, imazalil, ipconazol, metconazol, penconazol, procloraz, tebuconazol, tetraconazol, climbazol, epoxiconazol, itraconazol din namol rezidual din stații de epurare ape uzate. Separarea cromatografică și detecția s-au realizat pe un sistem LC Agilent 1260 cuplat cu un spectrometru de masă (MS) Agilent 6410B cu triplu cvadrupol, echipat cu o sursă de ionizare electrospray ESI operată în modul pozitiv. Separarea compușilor (figura de mai jos) s-a realizat utilizând o coloană cromatografică Zorbax Eclipse XDB C18 (2.1 x 100 mm, 3.5 μ m), menținută la o temperatură de 30°C. Volumul de injecție a fost de 5 μ L, eluția compușilor realizându-se cu o fază mobilă 5mM acetat de amoniu (A) / Acetonitril (B), la un debit de 0.2 mL/min, în gradient. În figura 1 este prezentată cromatograma MRM a unui mix de compuși azolici, obținută după optimizarea parametrilor etapei de extracție, precum și a celei de separare cromatografică și de detecție.

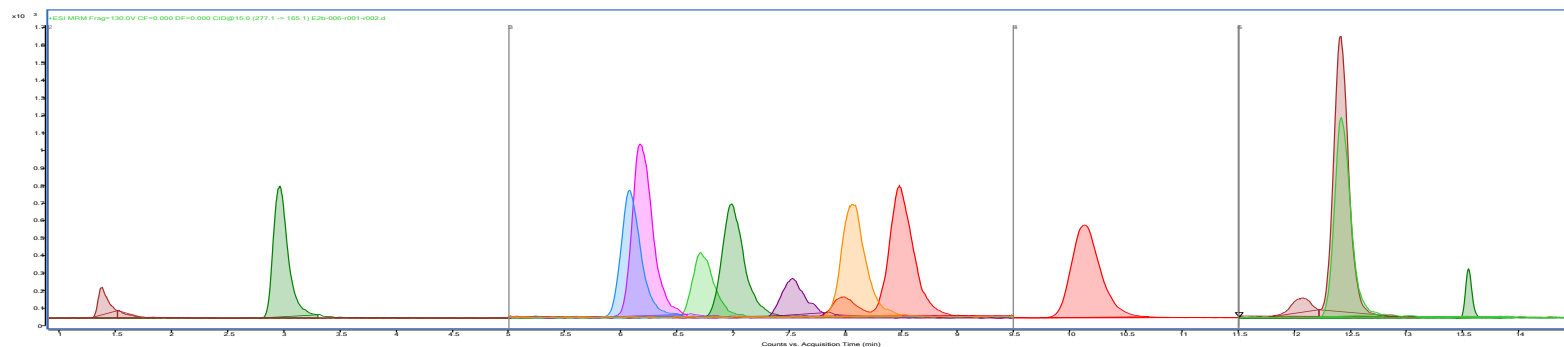


Figura 1. Cromatograma MRM a unei soluții standard mix de compuși azolici de concentrație 50 ng/mL

S-au evaluat parametrii statistici de performanță, și anume liniaritate, limite de cuantificare, recuperare, precizie (repetabilitate și reproductibilitate). Repetabilitatea metodei (RSDr) a variat în domeniul: 7.4÷10.2% (procloraz - itraconazol). Precizia intermediară a metodei (RSDR) a prezentat valori cuprinse în domeniul: 8.5÷14.2 % (OH-tebuconazol – itraconazol). Limitele de cuantificare determinate au variat în domeniul 0.1 ng/g (clotrimazol și procloraz) ÷ 0.6 ng/g (tetraconazol și penconazol). Aceste limite permit cuantificarea azolilor în probe de nămol la nivel de urme. Regresiile liniare au fost obținute folosind metoda standardului extern, iar coeficienții de determinare (R^2) obținuți au avut valori > 0.99 (figura 2, pe domeniul de calibrare 1÷75 ng/mL, respectiv, 1÷75ng/g în namol).

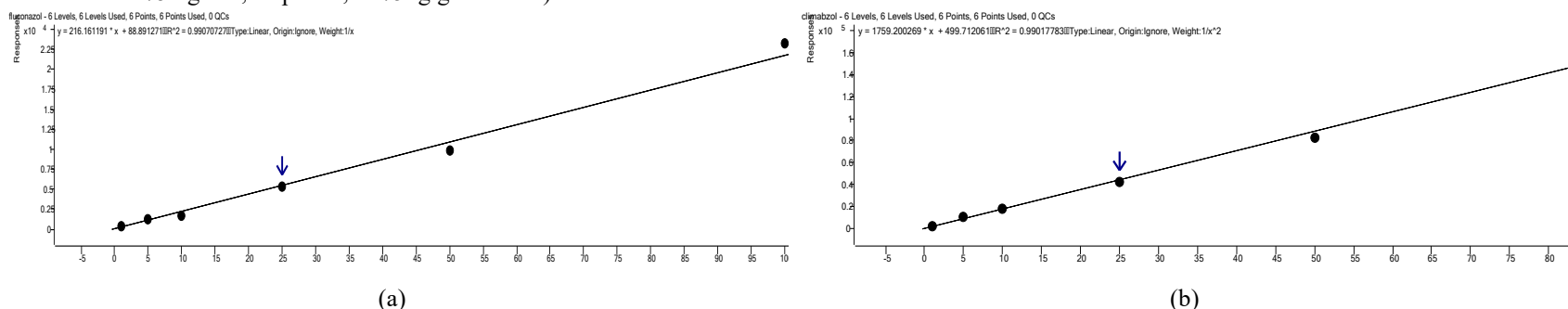


Figura 2. Regresiile liniare obținute pentru determinarea fluconazol (a) și climbazol (b) din nămol epurat în condițiile metodei UE-SPE-LC-MS/MS

Acuratetea a fost testată la 50 ng/g și recuperarea obținută este considerată corespunzătoare conform datelor de literatură dacă aceasta este cuprinsă între 70% și 120%. *Recuperarea* metodei a fost studiată prin adăugarea cantităților cunoscute de compusi azolici (50 ng/g) în trei esanțioane din același namol. Probele fără adaos au fost analizate pentru a determina compusi potențiali prezenți și rezultatele pozitive au fost scăzute. Recuperările determinate au variat de la 70.26 % (FLU) la 116.98 % (TEB) pentru proba de namol. Aceste valori permit cuantificarea analitilor țintă din probele de namol prin aplicarea procedurii UE-SPE-LC-MS/MS, rezultatele obținute fiind corespunzătoare metodelor cromatografice (>70%). Metoda obținută prezintă exactitatea corespunzătoare metodelor LC. În tabelul 1 sunt prezentate randamentele de recuperare obținute.

Tabelul 1. Randamentele de recuperare (%) obținute prin aplicarea procedurii UE- SPE-LC-MS, pe probe de namol (cu adaos de etalon înainte de extracție)

Compus	Conc. initiala (ng/g)	Conc. finala medie (ng/g)	Recuperare, %	Compus	Conc. initiala (ng/g)	Conc. finala medie (ng/g)	Recuperare, %
Fluconazol	50	35.13	70,26	Procloraz	50	37.77	75,54
OH tebuconazol	50	43.72	87,45	Tebuconazol	50	56.74	113,48
Clotrimazol	50	38.79	77,58	Tetraconazol	50	46.12	92,23
Imazalil	50	36.27	72,54	Climbazol	50	35.22	70,43
Ipconazol	50	48.69	97,38	Epoxiconazol	50	43.74	87,47
Metconazol	50	58.49	116,98	Itraconazol	50	40.86	81,72
Penconazol	50	53.8	107,6				

Rezultatele studiilor și experimentelor sistematice efectuate pentru validarea *interna* a metodei dezvoltate UE-SPE-LC-MS/MS au demonstrat faptul că metoda este adecvată scopului propus și atinge parametrii de performanță necesari pentru o metoda LC. Parametrii statistici evaluați (domeniu de concentrație, coeficient de determinare, limita de cuantificare, recuperare, repetabilitate și precizie intermediară) sunt prezentați în tabelul 2.

Tabelul 2. Parametrii de performanță ai metodei UE-SPE-LC-MS/MS

Compus	R ²	LOQ, ng/g	Recuperare (%)	Precizie	
				RSDr	RDSR
Fluconazol	0.9998	0.3	70,26	8,1	9,6
OH-tebuconazol	0.9974	0.4	87,45	7,8	8,6
Climbazol	0.9952	0.2	77,58	8,0	9,4
Epoxiconazol	0.9976	0.2	72,54	9,2	10,3
Tetraconazol	0.9985	0.6	97,38	10,2	12,1
Tebuconazol	0.9982	0.2	116,98	8,6	9,8
Imazalil	0.9995	0.5	107,6	10,2	10,3
Penconazol	0.9993	0.6	75,54	7,4	9,2
Metconazol	0.9979	0.2	113,48	8,3	9,5
Prochloraz	0.9997	0.1	92,23	9,2	11,6
Clotrimazol	0.9998	0.1	70,43	8,6	12,4
Ipconazol	0.9998	0.2	87,47	9,1	13,2
Itraconazol	0.9974	0.3	81.72	10.2	14.3

Impact:

Azoli sunt utilizați în mod obișnuit ca agenți antimicotici împotriva infecțiilor fungice pentru protecția plantelor, în tratamentul micozei umane, și în medicina veterinară datorită activității lor antifungice cu spectru larg și stabilității ridicate. Compușii azolici sunt, de asemenea, utilizați ca fluide antigivare, anticorozive, biocide în legume și fructe, conservanți ai lemnului și adezivi. Datorită versatilității și diversității structurilor chimice, aplicațiile pentru azoli continuă să crească în agricultură. Din cauza prezentei lor în mediu, există îngrijorare asupra efectelor dăunătoare asupra organismelor acvatice. Datorită utilizării lor intense acești compuși sunt omniprezenți în mediul acvatic (efluenți de epurare, ape de suprafață) și prezintă efecte toxice asupra mediului.

Compușii azolici au fost introduși recent în „*Watch List*”-ul *Uniunii Europene* în vederea monitorizării în apele de suprafață prin *Decizia de punere în aplicare (UE) nr. 2022/1307* a comisiei pentru stabilirea unei liste de supraveghere a substanțelor pentru monitorizare în întreaga Uniune conform politicii în domeniul apei. Astfel, aplicarea metodei va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire. Nu există impact de mediu negativ.

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)		TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]	
	4.4. Sănătate	[X]	
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]	
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		7 2 ; __ ; __	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]	

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fișă:

Rezultatul este final și constă într-o metodă analitică cantitativă simultană pentru detectarea compusilor azolici din namolul stațiilor de epurare utilizând tehnica UE-SPE-LC-MS/MS.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Dep/lab/suc DCP-AINS

Centrul de cost AINS-C-NUC-TRS5.1

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

Dr. Chim. Florentina Laura Chiriac

A. Date generale

Denumirea proiectului	Metode/metodologii pentru identificarea structurala, confirmare chimica si cuantificare analitica a contaminantilor emergenti antropici in diverse componente de mediu in conformitate cu noile directive europene de mediu, cod PN 23 22 01 01, ECOTRANS, Faza 4 (partea II), Activitatea 4.2, perioada de derulare a proiectului 07.08.2024 – 22.11.2024			Categoria de proiect	Proiect Nucleu
Contract de finanțare	Nr. 3N/ 2022	Data începere	03.01.2023	Plan / Program / Competiție	Program Nucleu, ENVIRON-RES
		Data finalizare	09.12.2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / AINS / anul 2024	3289074 lei, din care: 258006.38 lei / faza nr. 5.1			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	11081095,20 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD-ECOIND				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Metoda cantitativa pentru detectia si cuantificarea speciilor de Hg din sediment utilizand tehnica HPLC-ICP-MS
2. Categoria rezultatului*	Rezultat final
2.4. Procedee, metode	

Caracteristici ale rezultatului final :

Aceasta activitate a avut ca scop dezvoltarea, optimizarea si validarea unei metode analitice pentru detectia si cuantificarea simultana a speciilor de mercur anorganic (Hg^{2+}) si mercur organic sub forma de metilmercur (MeHg) din sediment utilizand tehnica cromatografiei de lichide de inalta performanta (HPLC) cuplata cu spectrometria de masa cu plasma cuplata inductiv (ICP-MS).

Parametrii optimizati ai cromatografului si ai spectrometrului de masa sunt prezentati in tabelul 1.

Tabelul 1. Parametrii optimi ai echipamentului HPLC-ICP-MS pentru detectia speciilor de Hg

Parametrii HPLC	Parametrii ICP-MS
Coloana: Thermo Scientific Hypersil GOLD, 150mm x 4.6 mm Temperatura coloanei: temperatura ambientală; Volum injectat: 75 μL ; Faza mobilă: 1 g/L L-cisteina Debit faza mobilă: 1.0 mL/min; Elutie: in gradient Timp rulare proba: 7 min.	RF Power: 1550 W; Nebulizer pump: 0,4 rps; Preziune gaz in Nebulizator: 1,10 L/min; Temperatura internă in sistem: 35,1°C; Debitul gazului in plasma: 15 L/min; Debitul gazului auxiliar: 0,9 L/min; Debitul He: 4,3 mL/min.

Pentru validarea metodei de determinare a speciilor de mercur (Hg^{2+} si MeHg) din probe solide (sediment) s-a realizat o curba de calibrare in 5 puncte atat pentru Hg^{2+} cat si pentru MeHg in domeniu de concentratii 0,2÷10,0 $\mu\text{g/L}$ (0,2; 0,5; 1,0; 5,0 si 10,0 $\mu\text{g/L}$). Pentru ambele specii ale mercurului s-au determinat valorile pentru izotopii 199, 200, 201 si 202. Pentru Hg^{2+} s-a utilizat un MRC de 1000 mg/L Hg in acid azotic 2%, pentru metilmercur (MeHg) s-a utilizat ca MRC clorura de metilmercur de puritate 95%. S-au testat mai multe tipuri de faze mobile si mai multe coloane, respectiv: faza mobilă 1g/L L-cisteina pe coloana Thermo Scientific Hypersil GOLD, 150mm x 4.6 mm, respectiv faza mobilă alcătuită din amestec de acetat de amoniu 0,06M (4,63g la 1L), metanol 3% (30 mL la 1L) si 2-mercapto-etanol 0,1% (1mL la 1L solutie) pe coloana Zorbax Extend-C18 600 Bar 4.6 mm x 50 mm, 1.8 μm , producator Agilent. Datele experimentale au indicat L-cisteina ca faza mobilă optimă, datorită faptului ca s-au putut separa pentru 2 specii de Hg toti cei 4 izotopi (Hg^{199} , Hg^{200} , Hg^{201} si Hg^{202}), fiind totodată si o solutie mai puțin toxică decât amestecul de acetat de amoniu, etanol si mercapto-etanol. In tabelul 2 sunt prezentati limita de detectie, limita de cuantificare, valorile preciziei si incertitudinea de masurare pentru cele 2 specii, fiecare cu cate 4 izotopi.

Tabelul 2. Parametrii de performanta determinati experimental pentru metoda HPLC-ICP-MS

Izotop specie Hg	LOD, µg/kg	LOQ, µg/kg	RSDr, %	RSD _{RI} , %	Uex, %	Liniaritate, R
199 Hg ²⁺	0.18	0.61	4.74	7.01	29	0.9999
200 Hg ²⁺	0.15	0.50	4.23	7.33	23	1.0000
201 Hg ²⁺	0.13	0.46	4.22	7.34	33	0.9999
202 Hg ²⁺	0.12	0.41	2.69	7.95	23	1.0000
199MeHg	0.09	0.31	2.00	8.80	25	0.9999
200MeHg	0.16	0.52	2.07	6.85	25	0.9999
201MeHg	0.12	0.42	3.48	8.05	22	1.0000
202MeHg	0.11	0.37	3.43	8.51	22	1.0000

Rezultatele obtinute sunt redade in tabelul 3, acestea reprezentand media aritmetica a 3 determinari. Din datele experimentale, se observa ca randamentele de recuperare sunt situate in intervalul 64% ÷ 99%. Conform principiilor teoretice pentru validarea metodelor analitice, pentru o concentratie de 10 µg/L, randamentul de recuperare trebuie sa fie cuprins in intervalul 60 % ÷ 120%.

Tabelul 3. Radamentele de recuperare obtinute pe sedimente, %

Izotop specie Hg	Sediment		
	Priza Olt	Cremenari	Babeni-Marcea
199 Hg ²⁺	78	89	66
200 Hg ²⁺	64	79	73
201 Hg ²⁺	75	88	66
202 Hg ²⁺	91	99	74
199 MeHg	81	80	86
200 MeHg	84	71	86
201 MeHg	80	90	84
202 MeHg	81	91	87

Pentru toate cele 3 sedimente analizate, randamentele de recuperare s-au situat peste 60%, cele mai mari fiind inregistrate la sedimentele prelevate de la Cremenari pentru izotopul 202 Hg²⁺ si 202 MeHg.

În figura 1 sunt prezentate dreptele de regresie liniară pentru Hg^{2+} și MeHg pentru izotopul 202, care prezintă cele mai bune valori ale parametrilor de performanță evaluați.

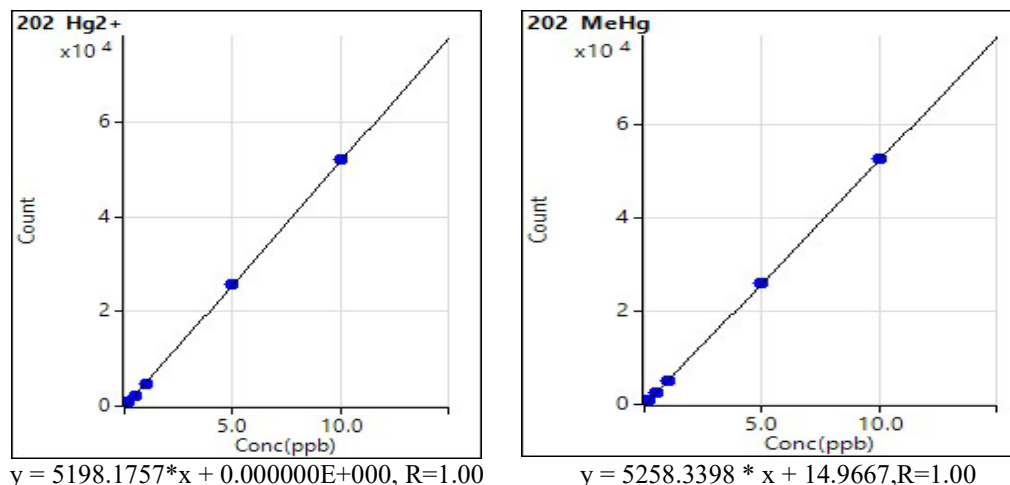


Figura 1. Dreptele de regresie liniară pentru Hg^{2+} și MeHg, izotopul 202

Impact:

Mercurul este unul din cele mai toxice elemente pentru sănătatea ființei umane și a ecosistemelor, acesta patrundând în mediu datorită factorilor antropici (proces industriale, procese de ardere, producție de aur etc.) sau naturali (vulcan, etc.). Speciile chimice ale Hg au diferite roluri în toxicitatea, biochimia și biodisponibilitatea mercurului. Deși conținutul total de Hg este utilizat pentru evaluarea impactului ecologic și a riscului asupra sănătății, este foarte important să se facă distincție între formele toxice ale compusilor alchilați (în principal metil-Hg) și celelalte forme mai puțin toxice, formele anorganice ale Hg. Odată format, metil-Hg-ul se bioacumulează în lanțul trofic acvatic (cu factori de biocumulare până la 10^6), conducând la o creștere a nivelului de expunere și astfel conducând la un risc ridicat de toxicitate. Această metodă de cuantificare a Metil-Hg și Hg^{2+} va permite cercetătorilor și agențiilor de reglementare să evalueze riscurile potențiale pentru sănătatea umană și să implementeze măsuri adecvate pentru remediere și prevenire.

Nu există impact de mediu negativ.

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	[X]
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]
	4.4. Sănătate	[X]
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	[X]
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	7 2 ; __ ; __	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[X]

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fișă:
Rezultatul este final și constă într-o metodă analitică cantitativă simultană pentru detectarea speciilor Hg^{2+} și metil-Hg din probe de sediment prin HPLC-ICP-MS.

Responsabil de proiect
Dr. ing. Gabriela-Geanina VASILE

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala
Dr. Stiinta Mediului Olga Tiron

Dep/lab/suc DTMT

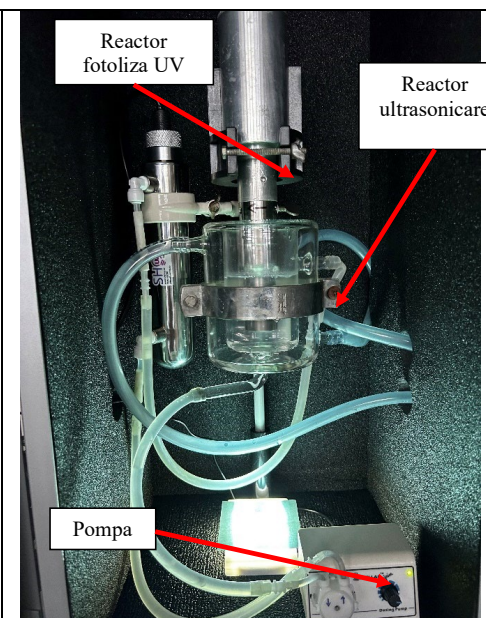
Centrul de cost DTMT-C-PED-NEWNAN

A. Date generale

Denumirea proiectului	Titlul proiectului: „Noi eco-nano-tehnologii pentru eliminarea compusilor organici halogenate din apele uzate utilizand procese de oxidare si reducere avansata si procese anaerobe de biodegradare” (Acronim: NEWNANOAPS) Etapa III/2024: Demonstrarea experimentală a tehnologiei si cercetari experimentale preliminare pentru validarea acesteia la nivel de laborator (partea B) si validarea tehnologiei, exploatarea rezultatelor si diseminare (partea C) <i>Perioada de derulare a proiectului: 28.06.2022 – 27.06.2024</i>			Categoria de proiect	Proiect Experimental Demonstrativ – PN3
Contract de finanțare	Nr. 584 / 28.06.2022 PN-III-P2-2.1-PED-2021-4281	Data începere	28.06.2022	Plan / Program / Competiție	PN-III-P2-2.1-PED
		Data finalizare	27.06.2024		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / dep/lab/suc / anul 2024	598795 lei, din care: 68364 lei / faza nr.3 din care: 68364 lei/rezultat			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	Total proiect 598795 lei Total ECOIND 279397 lei, din care: 68364 lei/2024
Rezultatul cercetării aparține	1 INCDTCI ICSI 2 INCD-ECOIND				Conform art nr. 17 din contractul de finantare nr.584 PED/2022 si art. 7 din acordul ferm de colaborare anexat acestuia

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Tehnologie de degradare avansată a izomerilor hexaclorciclohexanului din sisteme apoase
2. Categoria rezultatului*	Rezultat final
2.3. Tehnologii	Caracteristici rezultat final: Tehnologie integrată de îndepărtare avansată a hexaclorciclohexanului (αHCH, βHCH, γHCH, δHCH) din apă prin aplicarea unor procedee combinate fizico-chimice (dehalogenare cu fier zerovalent - ZVI, ultrasonicare și fotoliza Fenton UV) Acestea se aplică succesiv în două etape după cum urmează: prima etapă de tratare - dehalogenare cu fier zerovalent în sistem batch cu agitare mecanică (700 rpm) timp de 6 ore randamentul maxim de îndepărtare HCH total fiind de 25%, a doua etapă de tratare în flux continuu - ultrasonicare (20 kHz, energie 1600 kJ, timp de reacție 200 minute) + fotoliza Fenton UV ($\lambda = 253,7$ nm, catalizator de fier bivalent, H_2O_2 (30%), 200 minute de reacție în flux cu ultrasonicare) cu randament de peste 99%. Efluentul final are valori ale concentrației de hexaclorciclohexan sub $0,5 \mu\text{g/L}$, limita admisă în apă potabilă. Fig.1 Procedeu de îndepărtare HCH din apă <pre> graph TD A["ETAPA I Dehalogenare ZVI doza fier (ACROS ORGANICS <212 μm): 2 g/L; ΣHCH inițial <1200 μg/L; pH 2-2,5 constant; viteza agitare: ~700 rpm; timp de reacție = 6 ore"] --> B["ETAPA II Ultrasonicare v = 20 kHz, E = 1600 kJ"] B --> C["ETAPA II Fotoliza Fenton UV λ = 253,7 nm, doză Fe²⁺ = 5 mg Fe²⁺/L; doză H₂O₂ (30%) = 7 ml/L; timp de reacție: 200 min. în flux continuu"] C --> D["Efluent tratat: ΣHCH < 0,5 μg/L"] </pre>



3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	I7/I2; I_II_II; I_II_I
6. Caracterul inovativ	6.4. Tehnologie modernizată

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Cerere înregistrare brevet de invenție	[x]	nr. A100366 data 26.06.2024
--	-----	-----------------------------

Responsabil de proiect

CSI, dr. Ing. Costel BUMBAC

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Nr.

Anul 2024

Avizat - Director Stiintific,

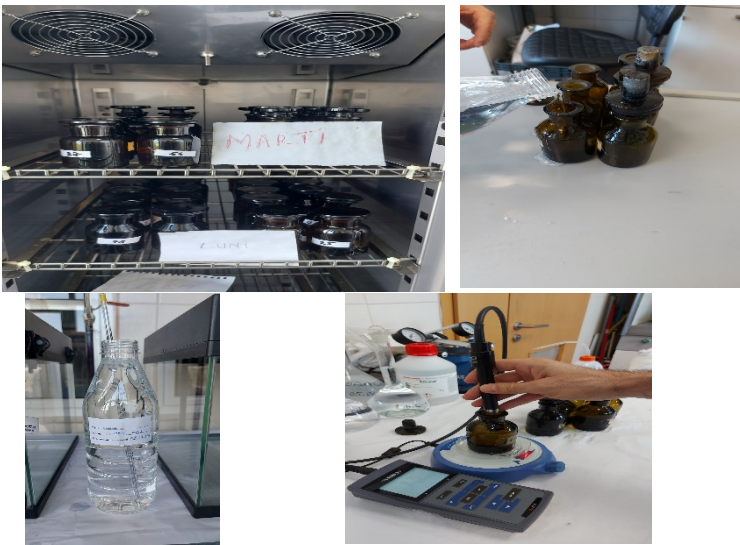
Departament Control Poluare-Laborator Bioteste-Analize Biologice
Centrul de cost **BIOL-C-NUC-PHARM4**

Sef departament DCP-BIOL,
Dr. biol. Alina Roxana BANCUI

A. Date generale

Denumirea proiectului	Titlul: <i>Solutii eco-friendly pentru monitorizarea si protectia biodiversitatii sistemelor integratoare, precum si pentru preventia distrugerii acestora, cod proiect PN 23 22 02 01, acronim proiect ECO-PHARMA, Faza 4/2024:</i> Cuantificarea in vitro a rezilientei/persistentei noilor compusi cu activitate antimicrobiana la conditiile abiotice si biotice de mediu Activitatea 4.3 <i>Protocol de lucru pentru analize CCOCr si CBO5</i> Perioada de derulare a proiectului: 13.06.2024 – 14.11.2024			Categoria de proiect	PROGRAM NUCLEU
Contract de finanțare	Nr 3N / 2022	Data începere	Ian 2023	Plan / Program / Competiție	Cercetari de mediu esentiale pentru sustinerea tranzitiei verzi, durabile si adaptare la principiile economiei circulare ENVIRON-RES
		Data finalizare	Dec 2026		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / DCP-BIOL anul 2024	2.518.237 lei, din care: 1.040.151,79/ faza 4 /2024 din care: 346.717 lei/rezultat			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2024	13913447,72 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	1. INCD ECOIND ¹				Conform art nr. 4 din contractul nr. 3N/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	<i>Protocol de lucru pentru analize CCOCr si CBO5</i>		
2. Categoria rezultatului* (conform art. 74 din OG nr. 57/2002 privind cercetarea științifică și dezvoltarea tehnologică, aprobată cu modificări și completări prin Legea nr. 324/2003, cu modificările și completările ulterioare)	Rezultat final [x] Determinarea de CCO-Cr, prin metoda descrisa de standardul SR ISO 15705:2022, ca serviciu oferit clientilor, se afla in faza de implementare, fiind la nivelul activitatilor necesare pentru includerea in lista de incercari acreditate RENAR. In acest sens, s-a participat la scheme de comparare interlaboratoare obtinandu-se valori ale scorului Z de -0,80 pentru probe cu incarcare organica mare si respectiv, -1,11 pentru probe cu valori mici ale CCO-Cr. Determinarea CBO5 prin metoda descrisa de standardul SR EN ISO 5815-1: 2020 este ofertata catre clienti, pentru mai mult de 80 % din probele de apa uzata lucrate fiind solicitata aceasta metoda de analiza. Asadar, implementarea determinării CCO-Cr conform standardului SR ISO 15705:2022 se află în etapa finală de includere în lista de încercări acreditate RENAR. Participarea la schemele de comparare interlaboratoare a demonstrat acuratețea metodei utilizate, cu scoruri Z de -0,80 pentru probe cu încărcare organică mare și -1,11 pentru probe cu valori scăzute ale CCO-Cr, evidențiind performanțe analitice conforme cu cerințele standardului. Determinarea CBO5 conform standardului SR EN ISO 5815-1:2020 este deja ofertată clienților, fiind solicitată pentru peste 80% din probele de apă uzată analizate. Aceste rezultate confirmă capacitatea laboratorului de a oferi servicii de analiză fiabile și conforme cu standardele internaționale.	Rezultat intermediar	 Figura 1. Echipamentul utilizat pentru determinarea CCO-Cr prin metoda cu tuburi etanse  Figura 2. Etape din determinarea CBO5

2.1. Documentații, studii, lucrări	☐	☐		
2.2. Planuri, scheme	☐	☐		
2.3. Tehnologii	☐	☐		
2.4. Procedee, metode	☒	☐		
2.5. Produse informatice	☐	☐		
2.6. Rețete, formule	☐	☐		
2.7. Obiecte fizice / Produse	☐	☐		
2.8. Brevet invenție/alte asemenea	☐	☐		
2.9. Colecții și baze de date	☐	☐		
2.10. Creații biologice noi în domeniul producției vegetale și producției animale	☐	☐		

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 1 - Principii de bază observate	☐
	TRL 2 - Formularea conceptului tehnologic	☐
	TRL 3 - Demonstrarea conceptului privind funcționalitățile critice sau caracteristicile la nivel analitic sau experimental	☒
	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	☐
	TRL 5 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții relevante de funcționare (mediul industrial)	☐
	TRL 6 - Demonstrarea funcționalității modelului în condiții relevante de funcționare (mediul industrial)	☐
	TRL 7 - Demonstrarea funcționalității prototipului în condiții relevante de funcționare	☐
	TRL 8 - Sisteme finalizate și calificate	☐
	TRL 9 - Sisteme a căror funcționalitate a fost demonstrată în mediul operațional	☐

4. Domeniul de cercetare	4.1. Tehnologiile societății informaționale	☐
	4.2. Energie	☐
	4.3. Mediu	☒
	4.4. Sănătate	☐
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară	☐
	4.6. Biotehnologii	☐

	4.7. Materiale, procese și produse inovative	☐
	4.8. Spații și securitate	☐
	4.9. Cercetări socioeconomice și umaniste	☐
	4.10. Altele	 ⁵ (⁵ Conform Strategiei naționale de cercetare, inovare și specializare inteligentă)
5. Domenii de aplicabilitate ⁶		72
6. Caracterul inovativ	6.1. Produs nou	☐
	6.2. Produs modernizat	☐
	6.3. Tehnologie nouă	☐
	6.4. Tehnologie modernizată	☐
	6.5. Serviciu nou	☐
	6.6. Serviciu modernizat	☒
	6.7. Altele Protocol de lucru	☐

7. Denumirea rezultatului cercetării valorificat ⁸ Protocol de lucru pentru analize CCOCr si CBO5								
Nr. crt.	Valoarea de la care începe negocierea (VPN) ⁹	PV CVRC nr. /data ¹⁰	Mod de valorificare ¹¹	Actul prin care s-a realizat valorificarea ¹²	Valoarea finală (negociată)	Beneficiar ¹³	Impact ¹⁴	Persoane autorizate ¹⁵
0	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.
1.	366.782	-	Preluare in productie proprie	-	-	-	-	-
2.								
3.								

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Documentație tehnico-economică	☒	
Cerere înregistrare brevet de invenție	☐	nr. data
Brevet de invenție înregistrat (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare modele și desene industriale protejate	☐	nr. data
Modele și desene industriale protejate înregistrate (național, european, internațional)	☐	nr. data

Cerere înregistrare marcă înregistrată	☐	nr. data
Mărci înregistrate (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare copyright	☐	nr. data
Înregistrare copyright (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare: rețete, indicații geografice, specii vegetale și animale etc.	☐	nr. data
Înregistrare: rețete, indicații geografice, specii vegetale și animale etc. (național, european, internațional)	☐	nr. data

D. Informații privind documentațiile, colecțiile și bazele de date de interes național

1. Denumire			
2. Categorie	2.1. Documentație	☒	
	2.2. Colecție	☐	
	2.3. Bază de date	☐	
3. Arhivare	3.1. Fondul Arhivistic Național	☐	
	3.2. Patrimoniul cultural mobil	☐	
4. Alte informații			

E. Informații privind diseminarea rezultatului cercetării

Nr. Crt	Tip/modalitate de diseminare: Conferință / Simpozion național(ă)/internațional(ă); Târg / Salon invenții național/internațional; Articol științific publicat: ISI/BDI...; Altele.	Denumire Manifestare științifică / Publicație	Titlul articolului	Autori
	-			

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fisă:

Daca rezultatul sta/va sta la baza unei propuneri de proiect – detaliati	Rezultatul va contribui la serviciile oferate clientilor
Daca rezultatul este aplicat de un agent economic – detaliati	
Daca rezultatul este utilizat in activitatea curenta de servicii a INCD ECOIND – precizati contractul / comanda si agentul economic	
Daca rezultatul este intermediar – precizati rezultatul final care il va include	
Alta situatie – detaliati	

Director de program

Dr. chim. Lidia KIM

Director de proiect

Dr. biol. Mihai NITA-LAZAR

Responsabili de activitate

Ana-Maria Fulgheci

Daniel Rudaru

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Nr.

Anul 2024

Departament Control Poluare – Laborator Bioteste-Analize Biologice
Centrul de cost BIOL-C-PN3-PLASFI

Avizat - Director Stiintific,

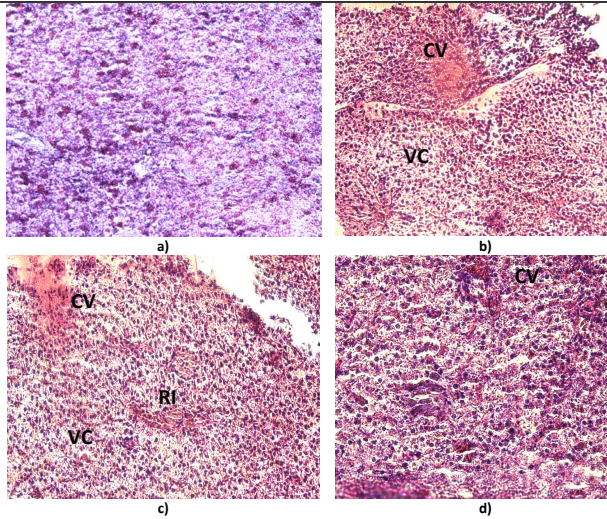
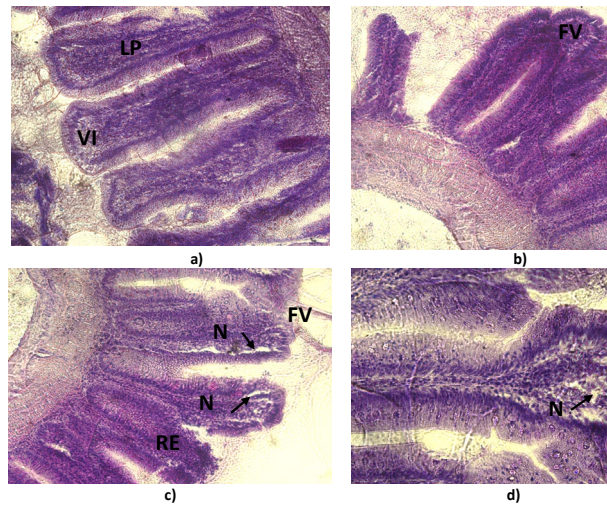
Sef departament DCP-BIOL,
Dr. biol. Alina BANCIU

A. Date generale

Denumirea proiectului	Titlu: Microplastice – Efecte ecotoxice si mecanisme de actiune in pesti specia <i>Cyprinus carpio</i> – <i>MicroPlasFish</i> , cod proiect: PN-III-P1-1.1-TE-2021-007, acronim: <i>MicroPlasFish</i> , Etapa 3/2024 Identificarea și caracterizarea modificarilor histopatologice în organele peștilor expuse la microplastice Perioada de derulare a proiectului: 01.01.2024 – 14.05.2024			Categoria de proiect	Program 1 - Dezvoltarea sistemului national de cercetare-dezvoltare; Subprogramul 1.1 - Resurse Umane Tip proiect: Proiecte de cercetare pentru stimularea tinerelor echipe independente Autoritate contractanta: Unitatea Executiva pentru Finantarea Învatamantului Superior, a Cercetarii, Dezvoltarii si Inovarii (UEFISCDI)
Contract de finanțare	Nr. TE 61, Data 2022 AA 1/2022	Data începere	2022	Plan/Program/Competiție	Program 1 - Dezvoltarea sistemului national de cercetare-dezvoltare; Subprogramul 1.1 - Resurse Umane Tip proiect: Proiecte de cercetare pentru stimularea tinerelor echipe independente
		Data finalizare	2024		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) DCP-BIOL anul 2023	66095 lei, din care: 66095 lei / etapa 3_2024 din care: 66095 lei/rezultat			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2023	66095 lei din care 66095 lei / rezultat / 2024
Rezultatul cercetării aparține	1. INCD ECOIND ¹			Conform art nr. 17 din contractul de parteneriat nr. TE61/2022, AA 1/2022	

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Studiu privind modificarile histopatologice in organele pestilor expuse la microplastice	
2. Categoria rezultatului (conform art. 74 din Ordonanța Guvernului nr. 57/2002 privind cercetarea științifică și dezvoltarea tehnologică, aprobată cu modificări și completări prin Legea nr. 324/2003, cu modificările și completările ulterioare)	Rezultat final	Probe ale organelor de peste expuse 75 de zile la polietilena si polistiren in diferite dimensiuni au fost prelevate in vederea analizei histopatologice. Modificarile histologice induse de expunerea la microplastice ale <i>Cyprinus carpio</i> au fost evaluate prin colorare cu hematoxilina și eozina sau <i>Periodic Acid-Schiff</i> (Fig. 1, 2, 3). Pentru vizualizare a fost utilizat microscopul cu inversie Leica DMi8, obiective 40x si 100x. Au fost observate modificari tisulare la nivelul branhiei, ficatului si intestinului. Modificarile observate se incadreaza in clasa perturbarilor circulatorii (de exemplu hemoragiile si anevrismele), inflamatiei (infiltratii cu leucocite), modificari regresive precum alteratii ale citoplasmei, dar si modificari progresive precum hiperplasia. La nivelul ovarului nu s-au observat semne de atrezie foliculara. Fig. 1 Histologia branhiei: a), b) martor – tesut branhial neintoxicat cu filamente paralele si lamele branhiale intacte; c) PE 40-48 μm; d) PE 125 μm; e), f) PS amestec (20, 200 si 430 μm). LP - lamela primara; LS - lamela secundara; CE - celule epiteliale; TC - tesut conjunctiv; FL - fuziunea lamelelor secundare; A - abundenta de substanta mucoasa; Cu - curbari ale lamelelor; HE - hipertrofie epiteliala si infiltrare cu leucocite indicand inflamatie; An - anevrism; 40x, H&E

			 Fig. 2 Histologia ficatului: a) tesut hepatic normal cu capilare sinusoidale; b), c) PE 125 μm; d) PS amestec (20, 200 si 430 μm). CV – congestie vasculara (modificari circulatorii ale sangelui – hemoragii); VC - vacuolizarea citoplasmei cu dilatarea capilarelor sinusoidale si formarea unor coridoare intercelulare; RI – reactii inflamatorii. Exista posibilitatea zonelor de necroză. 40x, H&E  Fig. 3 Histologia intestinului: a) martor - morfologia intestinului mijlociu; b), c), d), e) PS amestec (20, 200 si 430 μm). VI - vili intestinali; LP - lamina propria; FV - fuziunea vilozitatilor; D - dilatarea polului apical al unor vilozitati; RE - ruptura epiteliului; N – necroza vililor; CM - distributia celulelor mucoase in intestinul distal; coloratie periodic Acid-Schiff coloration, 40-100x	
2.1. Documentații, studii, lucrări	[x]	[]		
2.2. Planuri, scheme	[]	[]		

2.3. Tehnologii	[]	[]	
2.4. Procedee, metode	[]	[]	
2.5. Produse informatice	[]	[]	
2.6. Rețete, formule	[]	[]	
2.7. Obiecte fizice/Produse	[]	[]	
2.8. Brevet invenție/alte asemenea	[]	[]	
2.9. Colecții și baze de date	[]	[]	
2.10. Creații biologice noi în domeniul producției vegetale și producției animale	[]	[]	
3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 1 - Principii de bază observate		[]
	TRL 2 - Formularea conceptului tehnologic		[]
	TRL 3 - Demonstrarea conceptului privind funcționalitățile critice sau caracteristicile la nivel analitic sau experimental		[x]
	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator		[]
	TRL 5 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții relevante de funcționare (mediul industrial)		[]
	TRL 6 - Demonstrarea funcționalității modelului în condiții relevante de funcționare (mediul industrial)		[]
	TRL 7 - Demonstrarea funcționalității prototipului în condiții relevante de funcționare		[]
	TRL 8 - Sisteme finalizate și calificate		[]
	TRL 9 - Sisteme a căror funcționalitate a fost demonstrată în mediul operațional		[]
4. Domeniul de cercetare	4.1. Tehnologiile societății informaționale		[]
	4.2. Energie		[]
	4.3. Mediu		[x]
	4.4. Sănătate		[]
	4.5. Agricultură, securitatea și siguranța alimentară		[]
	4.6. Biotehnologii		[]

		4.7. Materiale, procese și produse inovative		[]				
		4.8. Spații și securitate		[]				
		4.9. Cercetări socioeconomice și umaniste		[]				
		4.10. Altele		 ⁵ (⁵ Conform Strategiei naționale de cercetare, inovare și specializare inteligentă)				
5. Domenii de aplicabilitate ⁶			7125 _ ; _ _ ; _ _					
6. Caracterul inovativ	6.1. Produs nou		[]	 ⁷ (⁷ Justificare - Se explică, în maximum 100 de caractere, în ce constă noutatea)				
	6.2. Produs modernizat		[]					
	6.3. Tehnologie nouă		[]					
	6.4. Tehnologie modernizată		[]					
	6.5. Serviciu nou		[]					
	6.6. Serviciu modernizat		[]					
	6.7. Altele (Studiu)		[x]	Noutatea studiului consta in utilizarea unei specii autohtone de pestii (crapul) de apa dulce si multitudinea/ complexitatea investigatiilor desfasurate. Majoritatea studiilor privind evaluarea ecotoxicologica a microplasticelor se desfasoara pentru specii de organisme marine, insa apele dulci (calea de contaminare a apelor sarate) sunt mai putin studiate. De asemenea studiul efectelor microplasticelor asupra organismelor acvatice a debutat recent si sunt inca foarte multe aspecte de identificat si clarificat.				
7. Denumirea rezultatului cercetării valorificat ⁸ Studiu privind efectele ecotoxiceologice ale microplasticelor								
Nr. crt.	Valoarea de la care începe negocierea (VPN) ⁹	PV CVRC nr. /data ¹⁰	Mod de valorificare ¹¹	Actul prin care s-a realizat valorificarea ¹²	Valoarea finală (negociată)	Beneficiar ¹³	Impact ¹⁴	Persoane autorizate ¹⁵
0	1	2	3	4	5	6	7	8
1.	57954.48 lei	PV de avizare nr. 7035/09.05.2024	Furnizare studiu de cercetare	PV de avizare nr. 7035/09.05.2024	57954.48	INCD ECOIND	Constientizarea privind prevenirea, combaterea	(¹⁵

						Bucuresti, Drumul Podu Dambovitei, nr. 57-73, sector 6, cod postal 060652 www.incdecoind.ro	si protectia sanatatii mediului si populatiei; Influenta contaminarii cu microplasticelor asupra organismele acvatice.	Director proiect dr. biol Gheorghe Stefania
--	--	--	--	--	--	--	---	--

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Documentație tehnico-economică	☒	
Cerere înregistrare brevet de invenție	☐	nr. data
Brevet de invenție înregistrat (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare modele și desene industriale protejate	☐	nr. data
Modele și desene industriale protejate înregistrate (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare marcă înregistrată	☐	nr. data
Mărci înregistrate (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare copyright	☐	nr. data
Înregistrare copyright (național, european, internațional)	☐	nr. data
Cerere înregistrare: rețete, indicații geografice, specii vegetale și animale etc.	☐	nr. data
Înregistrare: rețete, indicații geografice, specii vegetale și animale etc. (național, european, internațional)	☐	nr. data

D. Informații privind documentațiile, colecțiile și bazele de date de interes național

1. Denumire			
-------------	-------	--	--

2. Categorie	2.1. Documentație	☒	Studiu privind modificările histopatologice în organele pestilor expuse la microplastice
	2.2. Colecție	☐	
	2.3. Bază de date	☐	
3. Arhivare	3.1. Fondul Arhivistic Național	☐	
	3.2. Patrimoniul cultural mobil	☐	
4. Alte informații			

E. Informații privind diseminarea rezultatului cercetării

Nr. Crt	Tip/modalitate de diseminare: Conferință / Simpozion național(ă)/ internațional(ă); Târg / Salon invenții național/internațional; Articol științific publicat: ISI/BDI...; Altele.	Denumire Manifestare științifică / Publicație	Titlul articolului
1	Articol ISI	Heliyon, Volume 10, Issue 15, 2024	Exploring adsorption dynamics of heavy metals onto varied commercial microplastic substrates: isothermal models and kinetics analysis
2.	Conferință internațională	The 1 st International Electronic Conference on Toxics 20-22 martie 2024 (prezentare - on-line); <i>Proceedings 2024, 102,32</i>	Ecotoxicological effects of polystyrene particles on <i>Cyprinus carpio</i> – laboratory assessment
3.	Conferință internațională	38th BARCELONA International Conference on “Chemical, Biological and Environmental Sciences” (BCBES-24) April 24-26, 2024 Barcelona (Spain) – poster	Effects of Chronic Exposure of Polyethylene on Common Carp (<i>Cyprinus Carpio</i>) and the Impact on Enzymatic Biomarkers
4.	Conferință internațională	38th BARCELONA International Conference on “Chemical, Biological and Environmental Sciences” (BCBES-24) April 24-26, 2024 Barcelona (Spain) – poster	<i>Monitoring the microplastics impacts on Cyprinus carpio by biomarkers expression at translational level</i>
5	Editorial	Revista Magurele nr. 9, pp.37, iunie 2024	Metode calitative de determinare a microplasticelor în probe de apă de suprafață
6.	Articol ISI	<i>Toxics - in press</i>	Potential toxicity effects of polystyrene on fish health and oxidative stress

F. Detaliați cum a fost sau va fi valorificat acest rezultat (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

Informații suplimentare privind modul de valorificare a rezultatului prezentat în fisă:

Daca rezultatul sta/va sta la baza unei propuneri de proiect – detaliati	Rezultatele si expertiza castigata au stat la baza urmatoarelor propuneri de proiect: ➤ Dezvoltarea și implementarea unei metode de testare comportamentala cuplata cu instrumente digitale de urmarire video și interpretare statistica (VIDEOFISH) PN-IV-P7-7.1-PED-2024-1173 – <i>in evaluare</i>. ➤ INT2022002 (INT7021) ‘Contributing to the global monitoring of marine plastic pollution under the IAEA NUTEC Plastic initiative’ - PROJECT ADHESION - to consolidate the laboratories of the ‘NUTEC Plastic Monitoring Laboratories Network. – proiect de sustinere a instruirii in domeniul determinarii de microplastice - <i>in evaluare</i>. Participare prin intermediul Ministerului Energiei – Agentia Nucleara si Pentru Deseuri Radioactive, partener Horia Hulubei National Institute for R&D in Physics and Nuclear Engineering (IFIN-HH). ➤ Centru de excelenta 2024 – <i>in curs de depunere</i>
Daca rezultatul este aplicat de un agent economic – detaliati	-
Daca rezultatul este utilizat in activitatea curenta de servicii a INCD ECOIND – precizati contractul / comanda si agentul economic	-
Daca rezultatul este intermediar – precizati rezultatul final care il va include	Rezultatul este final
Alta situatie – detaliati	Prezentul proiect a facilitat instruirea cercetatorilor si dezvoltarea de servicii si experienta in vederea analizarii microplasticeilor. Astfel la acest moment putem desfasura: - Activitati de prelevare a microplasticeilor din ape de suprafata si sediment utilizand filee planctonice, site de diferite porozitati sau pompa portabila de prelevare a microplasticeilor model 23.565 (KC Denmark). - Activitati de pregatire a probelor si separare a microplasticeilor – prin spalare, triere, filtrare, digestie in laborator; - Analize microscopice prin microscopie clasica cu Leica M205FA stereomicroscop; - Analize microscopice prin microscopie avansata cu SEM-scanning electron microscopy analysis; - Analiza spectrometrica cu RAMAN - Raman-HR-TEC-785 Spectrometer (StellarNet Inc., Carlson Circle Tampa, FL, USA) - pentru fragmente >1 mm. - Teste ecotoxicologice cu organisme acvatice (<i>Cyprinus carpio</i> si <i>Daphnia magna</i>)

Director de proiect

Dr. biol. Gheorghe Stefania

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Avizat - Director Stiintific,

Departament: DTMT

Centrul de cost: DTMT-C-NOR-GRAAL1

Sef departament,
Dr. Știința Mediului Olga Tiron**A. Date generale**

Denumirea proiectului	Granular activated algae technology for wastewater treatment and resources recovery; cod proiect: RO-NO-2019-0691; acronim: GRAALrecovery Raportare finală			Categoria de proiect	Proiect Colaborativ de Cercetare NO 2014-2021
Contract de finanțare	Nr. 27/2020	Data începere	01.09.2020	Plan / Program / Competiție	Cercetare RO-02
		Data finalizare	30.04.2024		
Valoarea totală a proiectului	5.609.455,05 lei			Valoarea contractului de finanțare (finantare publica) / INCD ECOIND	2.269.787,03 lei / 2020-2024
Rezultatul cercetării aparține	INCD ECOIND				

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Tehnologie de epurare a apelor uzate si recuperare a resurselor bazata pe namol granular cu microalge	
2. Categoria rezultatului*	Rezultat final	
2.1. Documentații, studii, lucrări		
2.3. Tehnologii		
Caracteristici ale rezultatului final: Tehnologia cuprinde un ansamblu de procese biologice operate pentru epurarea apelor uzate și susținute de o biomasă granulară mixtă care include specii de microalge și bacterii. Principiul de bază al funcționării sistemului biologic constă în integrarea proceselor de fotosinteză cu cele de degradare și asimilare a poluantilor		

susținute de biomasa tradițională (nămolul activ), oferind o alternativă pentru epurarea apelor uzate provenite din rețele de canalizare și stații de epurare. Microalgele utilizate contribuie la producerea naturală de oxigen, precum și la asimilarea nutrienților specifici (ex. azot, fosfor), în timp ce nămolul activ participă la degradarea materiei organice și transformarea poluanților (ex. prin reacții de nitrificare, denitrificare). Tehnologia a fost optimizată și concepută pentru a funcționa în sisteme controlate care asigură un echilibru optim între diferiți parametri de operare (ex. intensitatea radiației luminoase, viteza de omogenizare, timpul de retenție hidraulică, etc.), favorizând dezvoltarea și stabilitatea biomasei.

Performanțe tehnologice:

- Eficiență ridicată în îndepărtarea macronutrienților (azot, fosfor) și a poluanților organici;
- Respectarea cerințelor privind calitatea efluentului conform reglementărilor naționale aplicabile;
- Eficiență crescută de recuperare a biomasei microalgale;
- Generarea unui nămol rezidual cu caracteristici îmbunătățite din punct de vedere al compoziției chimice.

Avantaje ecologice și economice

- Consum redus de energie, datorită eliminării necesității aerării mecanice;
- Captarea dioxidului de carbon, contribuind la reducerea amprente de carbon a procesului;
- Posibilitatea valorificării biomasei microalgale în bioeconomia circulară prin producerea de materiale biodegradabile, biocombustibili, îngrășăminte sau alte produse cu valoare adăugată.

Domenii de aplicare

Tehnologia este adaptabilă pentru epurarea diverselor tipuri de ape uzate, cu grad variabil de încărcare organică sau al concentrației macronutrienților, fiind dezvoltată pentru aplicare atât în sisteme cu trepte multiple de epurare, cât și în cazul operării soluțiilor compacte integrate.



Biomasă reziduală

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 5 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții relevante de mediu	
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[X]
	4.6. Biotehnologii	[X]
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	3 7 ; 7 2	
6. Caracterul inovativ	6.3. Tehnologie nouă	[X]

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Cerere înregistrare brevet de invenție	nr. EP24170717.3 data 17.04.2024
--	----------------------------------

F. Analizați potențialul de valorificare a rezultatului prezentat în fisa: Detaliați cum a fost / va fi valorificat rezultatul prezentat:

(vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):

În cadrul proiectului **GRAALrecovery** s-au valorificat cunoștințe avansate de analiză în domeniul biotehnologiei alternativ cu dezvoltarea de procese tehnologice destinate epurării apelor uzate și bazate pe integrarea biomasei microalgale. Obiectivul principal al proiectului a constat în integrarea unei abordări sustenabile, care să reducă impactul asupra mediului, să diminueze costurile de operare și să încurajeze reutilizarea resurselor, având ca nivel de comparație tehnologia tradițională bazată pe nămol activ. Tehnologia dezvoltată a fost validată în condiții relevante de mediu (TRL 5) printr-un prototip operat pe o perioadă de un an de zile.

Rezultatul va sta la baza unui propunerii de proiect europene în vederea avansării nivelului de maturitate tehnologică.

Pentru continuarea cercetărilor și creșterea maturității tehnologice, au fost depuse trei proiecte naționale care includ activități sau pachete de lucru adresate domeniului biotehnologiei microalgelor:

- **CoExBlackSea (2024-2028):** Dezvoltarea de îngrășăminte bazate pe microalge, utilizând resurse din Delta Dunării, în vederea sprijinirii agriculturii ecologice.
- **CLEWER (2024-2028):** Crearea unor sisteme sustenabile de acvacultură multitrofică, integrate cu biotehnologii pe bază de microalge.
- **CERSUS (2025-2027):** Îndepărtarea avansată a poluanților emergenți folosind microalge ca etapă premergătoare oxidării avansate, promovând circularitatea în gestionarea apelor uzate.

S-au stabilit parteneriate strategice cu companii din domenii variate, precum:

- KIK Compounds SRL a colaborat pentru a utiliza biomasa obținută în fabricarea materialelor plastice biodegradabile (ex.: tălpi de cauciuc).
- În conformitate cu alte cerințe, au fost inițiate teste de realizare de adsorbanți pentru îndepărtarea de metale grele specifice.

De asemenea, un parteneriat cu un operator economic norvegian a fost inițiat pentru testarea aplicabilității tehnologiei în epurarea apelor uzate în sistem descentralizat. În acest sens, în anul 2024, au fost realizate experimente pe un prototip destinat recuperării nutrienților din ape uzate bogate în amoniu.

Rezultatul prezintă potențial de valorificare în sectorul epurării apelor uzate, fiind destinat operatorilor serviciilor de alimentare cu apă și canalizare, în calitate de beneficiari primari. De asemenea, alte sectoare industriale și agricole, în calitate de beneficiari secundari, pot valorifica biomasa reziduală generată în proces.

Responsabil de proiect,

Dr. Știința Mediului Olga Tiron

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament

Dr.biol. Mihai NITA-LAZAR

Departament Control Poluare – Laborator Bioteste-Analize Biologice

Centrul de cost: BIOL-C-GNY-PROGEN

A. Date generale

Denumirea proiectului	Proto-Opto-Electro-Mechanical Hybrid Systems for Generation-Next Bionic Devices , grant agreement nr. 899205/2020, acronim proiect: PROGENY, perioada de derulare a proiectului: 01.01.2021 – 30.09.2024)			Categoria de proiect	Proiect cu finantare Europeana in programul Horizon 2020
Contract de finanțare	Nr. 899205 / 2020	Data începere	01.01.2021	Plan / Program / Competiție	H2020-FETOPEN-2018-2020
		Data finalizare	30.09.2024		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / DCP-BIOL anul 2024	297.187,50 euro , din care: 138.420,19 euro / etapa nr. 3, din care: 138.420,19 euro /rezultat			Valoarea contractului de finanțare (buget) / INCD ECOIND / anul 2024	138.420,19 euro / 2024
Rezultatul cercetării aparține	1. Technische Universität Dresden (TUD) (Coordinator), Germany 2. University of Montpellier: The Charles Gerhardt Institute (ICGM) (UM), France 3. Bremen Center for Computational Materials Science BCCMS -Bremen: (UBREM), Germany 4. French National Centre for Scientific Research CNRS-ILM: (ILM), France 5. CHALMERS TEKNISKA HOEGSKOLA AB: (UCHAL), Sweeden 6. National Research and Development Institute for Industrial Ecology (ECOIND), Romania 7. Leiden University: (ULEI), The Netherlands 8. Wasabi Innovations (WI), Bulgaria				Cf. art. nr. 26 din contractul de parteneriat nr. 899205

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	Studiu ecotoxicologic a surfactantilor nou-sintetizati		
2. Categoria rezultatului*	Rezultat final - Caracteristici ale rezultatului final / intermediar		
2.1. Documentații, studii, lucrări	Rezultatele obtinute in cadrul proiectului european H2020, acronim PROGENY au aratat ca surfactantii nou sintetizati oligomerici și polimerici pe bază de tiofen (P3HT-block-P3TEGT și P3HT-ran-P3TEGT) au avut un potențial de biodegradare ridicat calculat prin BOD5/COD și a fost confirmat prin teste de respirometrie. Compoziția chimică a agenților tensioactivi oligomerici și polimerici pe bază de tiofen a modulat potențialul lor de biodegradabilitate inducând un efect specific asupra Gram-pozitive vs Gram-negative. Structura chimică a tertiofenului din compoziția 3DT-3TEGT a avut un potențial de biodegradare scăzut în comparație cu structura chimică a bitiofenului din P3HT-block-P3TEGT și P3HT-ran-P3TEGT. Agentul tensioactiv tertiofen, compus din două componente diferite de tiofen - unul având o grupă hidrofobă de lanț dodecil alchil (grup apolar) și altul un etilenglicol neionic hidrofil (grup polar), părea să afecteze doar tulpinile bacteriene Gram-pozitive, lipsită de o membrană exterioară suplimentară, în comparație cu tulpinile Gram-negative. Studiile ecotoxicologice asupra timpilor de incubare mai lungi, efectuate pe bacterii Gram pozitive și Gram negative, au arătat că surfactanții oligomerici și polimerici pe bază de tiofen, nou proiectați și sintetizați, par să nu aibă un potențial efect toxic asupra mediului. În plus, acești agenți tensioactivi sunt prietenoși cu mediul înconjurător, având un potențial biodegradabil ridicat, iar ulterior persistența în mediu ar putea fi foarte scurtă, scăzând potențialul de bioacumulare³.		

Figura 1. Model conceptual al studiului

Tabelul 1. Potentialul de biodegradabilitate a surfactantilor testati

Compounds/parameters	COD	BOD ₅	BOD ₅ /COD
	mg O ₂ /L	mg O ₂ /L	
3DT-3TEGT	2049	717	0.35
P3HT-<i>block</i>-P3TEGT	2091	1505	0.72
P3HT-<i>ran</i>-P3TEGT	2003	1121	0.56

--	--

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 3 - Demonstrarea conceptului privind funcționalitățile critice sau caracteristicile la nivel analitic sau experimental	[x]
--	--	-----

4. Domeniul de cercetare	4.10. Altele	Studiu ecotoxicologic a surfactantilor nou sintetizati . ⁵
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	7 25_ _ _ ; _ _ _ ; _ _ _	
6. Caracterul inovativ	6.5. Serviciu nou	[x]

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Documentație tehnico-economică	[x]	
--------------------------------	------	--

F. Analizați potențialul de valorificare a rezultatului prezentat în fisă:

Detaliați cum a fost / va fi valorificat rezultatul prezentat: (vânzare produs/tehnologie; furnizare servicii; închiriere, concesiune, preluare în producția proprie, transmitere cu titlu gratuit; transfer drepturi de proprietate intelectuală):	Rezultatul obținut a fost preluat în producția proprie și în portofoliul de servicii al institutului cu aplicabilitate pentru caracterizarea ecotoxicologică și a altor diverși compusi chimici.
	Rezultatul obținut în cadrul proiectului poate sta la baza fundamentării unei noi propuneri de proiect.
Se poate valorifica rezultatul în mediul economic? În ce industrii(e) / domenii(u)?	DA - Industria chimică, farmaceutică, microelectronică, etc

Responsabil de proiect INCD ECOIND

Dr. biol. Mihai NITA-LAZAR

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Anul: 2024

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament

Dr.biol. Mihai NITA-LAZAR

Departament Control Poluare – Laborator Bioteste-Analize Biologice

Centrul de cost: BIOL-C-PN3-WARNIN

A. Date generale

Denumirea proiectului	Titlu: Sistem de avertizare epidemiologica timpurie a tendintelor SARS-CoV-2 in apele uzate netratate ca indicator al raspandirii variantelor circulante in populatie, cod proiect: PN III-P2-2.1-PED-2021-4131, acronim proiect: WARNING, Etapa III/ 2024: demonstrarea conceptului de avertizare epidemiologica timpurie a cresterii sau scaderii concentratiei SARS-Co-V-2 si a variantelor sale circulante in apele uzate neepurate si corelarea rezultatelor cu date clinice, perioada de derulare a proiectului: 2022-2024			Categoria de proiect	Program National III, Program 2 – Proiect Experimental Demonstrativ PED
Contract de finantare	Nr 705, Data 2022	Data incepere	2022	Plan / Program / Competitie	PN III-P2-2.1-PED-2021-4131
		Data finalizare	2024		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / DCP-BIOL anul 2024	12924 lei, din care: 12924 lei / etapa nr. 3, din care: 12924 lei /rezultat			Valoarea contractului de finantare (buget) / INCD ECOIND / anul 2024	12924 lei / 2024
Rezultatul cercetării aparține	1.Institutul de Virusologie Stefan S Nicolau 2. INCD ECOIND ¹				Cf. contractul de finantare nr. 705PED/2022

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului	<i>Studiu privind demonstrarea conceptului de avertizare epidemiologică timpurie a creșterii sau scăderii concentrației SARS-CoV-2 și a variantelor sale circulante în apele uzate neepurate și corelarea rezultatelor cu datele clinice</i>	
2. Categoria rezultatului*	Rezultat final - Caracteristici ale rezultatului final / intermediar	
2.1. Documentații, studii, lucrări	Proiectul cu titlul : <i>Sistem de avertizare epidemiologică timpurie a tendințelor SARS-CoV-2 în apele uzate netratate ca indicator al răspândirii variantelor circulante în populație</i> (acronim WARNING) a fost conceput pentru a implementa monitorizarea SARS-CoV-2 în apele uzate neepurate din două locații diferite din București: Stația de Epurare a Apelor Uzate Glina și Spitalul Clinic de Boli Infecțioase și Tropicale „Dr. Victor Babes” (H), pe o perioadă de cel puțin un an (săptămâna 42/2022 – săptămâna 48/2023). În total, au fost colectate peste 300 de probe (104 probe de ape uzate urbane compozite neepurate; 104 probe de ape uzate urbane neepurate curente; 103 probe de apă uzată curentă neepurată de la spital). Concentrația particulelor virale SARS-CoV-2 în apele uzate netratate a urmat tendința de incidență de 14 zile la 100.000 de locuitori în București, remarcându-se că o creștere a concentrației de ARN SARS-CoV-2 în apele uzate este vizibilă după aproximativ 2 săptămâni înainte de a fi observate în cazurile clinice raportate oficial. Succesul în monitorizarea SARS-CoV-2 a stimulat interesul pentru extinderea supravegherii pe bază de apă (WBS) la alte virusuri respiratorii, cum ar fi virusurile gripale A/B (Gripa A/B), virusurile paragripale 1 / 2/ 3/ 4 (HPIV1). /2/3/ 4), adenovirus (ADV), bocavirus (HBoV), virus respirator sincițial (RSV A/B), metapneumovirus uman (HMPV), enterovirus, rinovirus (RV), parechovirus (PeV) și reovirus pentru a identifica o gamă largă de agenți patogeni din apele uzate, oferind date valoroase pentru prevenirea și controlul bolilor. ADV, HBoV și reovirusul au fost detectați frecvent atât în spital, cât și în WWTP, celelalte virusi apărând doar ocazional în perioada analizată. Conceptul de supraveghere pe bază de apă (WBS) continuă să evolueze, aducând contribuții semnificative la cercetarea sănătății publice și a bolilor infecțioase. ³.	

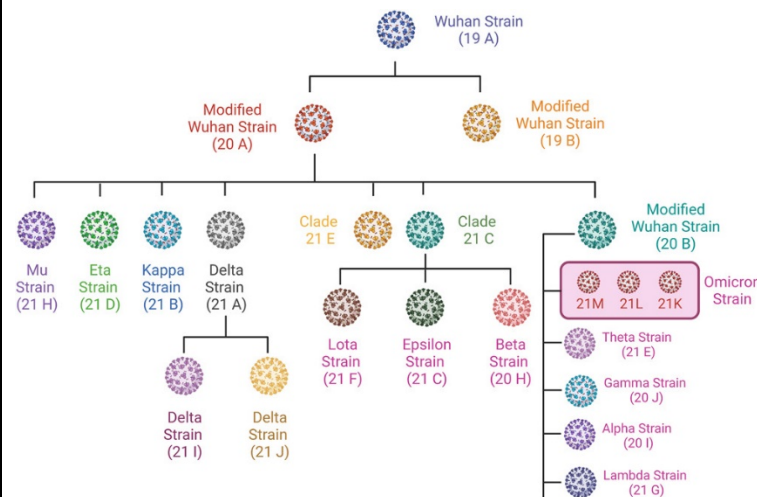
**Figura 1. Incidenta tulpinile virale identificate.**

			
		Figura 2. Prelevarea probelor de apă uzată.	
3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 3 - Demonstrarea conceptului privind funcționalitățile critice sau caracteristicile la nivel analitic sau experimental		
4. Domeniul de cercetare	4.3. Mediu	[x]	
	4.4. Sănătate	[x]	
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	7 25_ _ _ ; _ _ _ ; _ _ _		
6. Caracterul inovativ	6.6. Serviciu modernizat [x]		

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Documentație tehnico-economică	[x]	
--------------------------------	-------	--

D. Informații privind documentațiile, colecțiile și bazele de date de interes național

2. Categorie	<i>Studiu privind demonstrarea conceptului de avertizare epidemiologică timpurie a creșterii sau scăderii concentrației</i>
2.1. Documentație	<i>SARS-CoV-2 și a variantelor sale circulante în apele uzate neepurate și corelarea rezultatelor cu datele clinice</i>

F. Analizați potențialul de valorificare a rezultatului prezentat în fisa:

Detaliați cum a fost / va fi valorificat rezultatul prezentat:	Rezultatul obținut a fost preluat în producția proprie și în portofoliul de servicii al institutului .
Se poate valorifica rezultatul în mediul economic? În ce industrii(e) / domenii(u)?	NU

Responsabil de proiect INCD ECOIND*Dr. biol. Mihai NITA-LAZAR*

INCD ECOIND**Fisa de evidenta a rezultatelor activitatilor de cercetare-dezvoltare**

Nr.

Anul: 2024

Dep/lab/suc DTMT

Centrul de cost PN-III-P2-2.1-PED-2016-1766

Avizat - Director Stiintific,

Sef departament/laborator/compartiment/sucursala

CS II Dr. Stiinta Mediului Olga Tiron

A. Date generale

Denumirea proiectului	Bioreactor cu namol aerob granular alimentat in flux continuu pentru epurarea apelor uzate Acronim: ConFlowAGS Perioada de derulare 15.03.2020 – 15.09.2022			Categoria de proiect	Proiect Experimental Demonstrativ
Contract de finanțare	Nr. 12PED/2017	Data începere	2017	Plan / Program / Competiție	<i>PNCDI III – Proiect experimental demonstrativ</i>
		Data finalizare	2018		
Valoarea totală a proiectului (include și alte surse) / dep/lab/suc / DTMT/anul 2024	598318 lei, din care: 301761 lei/rezultat			Valoarea contractului de finanțare (buget de stat) / INCD ECOIND / anul 2017	598318 lei / 20 17
Rezultatul cercetării aparține	INCD ECOIND				Cf. art. 17 din Contract de finanțare pentru execuție proiecte NR. 12PED/2017

B. Date specifice

1. Denumirea rezultatului		
2. Categoria rezultatului* (cf. art. 74 din OG nr. 57/2002 /Lg nr. 324/2003)	Rezultat final	Caracteristici ale rezultatului final / intermediar
2.8. Brevet invenție/alte asemenea	Invenția se referă la un bioreactor alimentat în flux continuu pentru epurarea apelor uzate cu nămol granular aerob. Bioreactorul alimentat în flux continuu pentru epurarea apelor uzate cu nămol aerob granular, conform invenției, prezintă o serie de avantaje comparativ cu sistemele cu nămol activ convenționale prin aceea că procesul de epurare are loc într-un singur bioreactor aerob prevăzut cu o zonă de predecantare ca factor de selecție și recuperare a granulelor ce permite menținerea și formarea granulelor de nămol aerob în condiții de alimentare continuă, soluția putând fi folosită pentru extinderea capacității unei stații de epurare existente sau pentru asigurarea unei epurări avansate în cadrul unei stații de epurare ce a fost proiectată strict pentru îndepărtarea încărcării organice prin adaptări specifice ale bioreactoarelor existente.	

3. Nivel de maturitate tehnologică (TRL)	TRL 4 - Validarea componentelor și/sau a ansamblului în condiții de laborator	[x]
--	---	-----

4. Domeniul de cercetare	4.6. Biotehnologii	[x]
5. Domenii de aplicabilitate ⁶	I7I2I; I3I7I;	
6. Caracterul inovativ	6.3. Tehnologie nouă	[x]

C. Informații privind proprietatea intelectuală

Brevet de invenție înregistrat (național, european, internațional)	[x]	Nr. 133498 / 30.09.2024
--	-----	-------------------------

Responsabil de proiect

CS III Dr. Ing. Manea Elena Elisabeta