

## Determinação de elementos e dinâmica de plasma induzido por pulsos ultracurtos pela técnica fs-LIBS

Henrique de Sousa Rodrigues Silva e Ricardo Elgul Samad  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

### INTRODUÇÃO

A técnica fs-LIBS (femtosecond-Laser Induced Breakdown Spectroscopy – Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Induzido por Laser de femtossegundos) é uma técnica analítica que consiste em focalizar o feixe de um laser em uma amostra para induzir a ablação da sua superfície e a formação de um plasma do material ejetado; através de uma fibra óptica coleta-se a emissão luminosa do plasma, que é enviada para um espectrômetro que identifica os compostos e elementos presentes na amostra através da medida de suas linhas de emissão atômica, bem como permite a montagem de curvas de calibrações para determinar concentrações elementares. Possui como principais vantagens a necessidade de pouco ou nenhum preparo de amostras, bem como, em muitos casos, a não geração de resíduos. A utilização de pulsos de femtossegundos aprimora a técnica por minimizar a dependência da ablação na matriz sob análise, possibilitando a análise de qualquer amostra sólida.

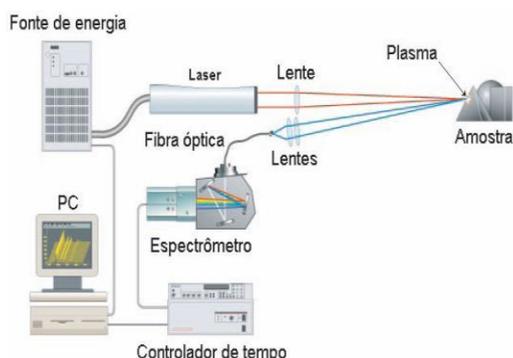


Figura 1- esquema de um arranjo de LIBS

### OBJETIVO

Os objetivos deste projeto de Iniciação Científica são:

1. Apresentar o aluno à teoria e às técnicas experimentais utilizadas com lasers de pulsos ultracurtos de alta intensidade e a técnica de fs-LIBS.
2. Implementar uma montagem experimental dedicada à técnica de fs-LIBS no Laboratório de Laser de Pulsos Ultracurtos de Alta Intensidade do Centro de Lasers e Aplicações (CLA) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN-CNEN/SP);
3. Desenvolver uma metodologia de análise de espécies atômicas em plasmas gerados por pulsos de fs, otimizando os sinais obtidos;
4. Validar o arranjo experimental e as técnicas desenvolvidas utilizando amostras

### METODOLOGIA

Para a realização das medidas foi utilizado um sistema laser de Ti:Safira em operação no Laboratório de Laser de Pulsos Ultracurtos de Alta Intensidade do Centro de Lasers e Aplicações do IPEN.

Foram medidos espectros de emissão de 5 amostras certificadas pelo NIST, utilizando pulsos de 400  $\mu\text{J}$  de energia. Nestes espectros determinou-se a melhor linha do Cádmiu para montar uma curva de calibração, que foi a linha de emissão do Cd I em 288,122 nm. Mediu-se as áreas

dessa linha nos espectros das 5 amostras, e montou-se uma curva de calibração da Área em função da fração mássica (concentração) de Cádmio em cada amostra.

## RESULTADOS

A figura 2 mostra o espectro de uma das amostras, na região de emissão do Cd I. A tabela 1 mostra a relação entre a concentração de Cd em cada amostra e a área da sua linha de emissão em 288,122 nm.

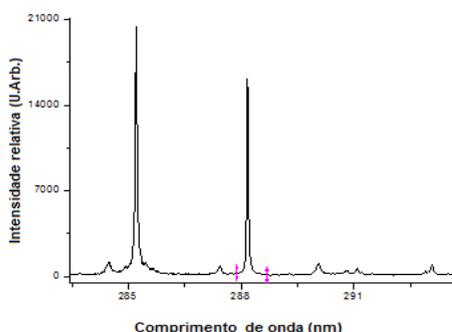


Figura 2: Espectro da amostra CRM 144 na região de emissão da linha de 288,122 nm do Cd I.

TABELA 1: Áreas das amostras, desvio padrão e suas concentrações de Cd.

Amostra	Concentração	AM (U. Arb.)
142P	0,34	696,103,4
143P	71,9	692,21,24
144P	1,92	64,4,22
145P	2,5	109,20,14
146P	19,9	252,14,09

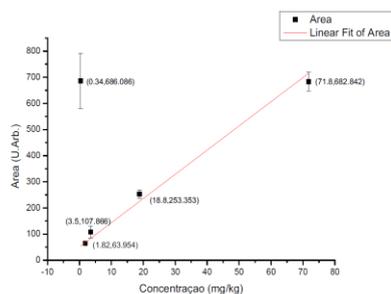


Figura 3: curva de calibração do Cd

A Figura 3 apresenta os dados da Tabela 1, e neste gráfico observa-se uma relação linear, representada por uma função ajustada aos pontos, entre a concentração e a emissão em 288,122 nm. É importante ressaltar que o ponto (0.34,686.086) ficou bem distante do ajuste, e provavelmente esse desvio é devido à interferência da emissão do Mn II, que está presente em grande quantidade nesta amostra, e possui forte emissão em 288,11 nm, deslocada de 10 pm da linha do Cd, abaixo da resolução do espectrômetro.

## CONCLUSÕES

Foi implementada uma montagem de fs-LIBS no laboratório de lasers de pulsos ultracurtos do CLA. Com esta montagem foram obtidos espectros de emissão de plasma de amostras certificadas, que permitiram montar uma curva de calibração para determinação de Cádmio. Devido à presença de outros elementos nas amostras analisadas, é necessário atentar para a resolução do equipamento para identificar possíveis interferências na linha que está sendo analisada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] D. S. Junior, L. V. G. Tarelho, F. J. Krug, D. M. B. Pereira Milor, L. M. Neto e N. D. Vieira Junior, "Espectrometria de emissão óptica com plasma induzido por laser(LIBS)- Fundamentos, Aplicações e Perspectivas," *Revista Analytica*, vol. 24, p. 72, 2006.
- [2] Misiolek, A. W.; Palleschi, V., Schechter. I., *Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*. Cambridge University Press, 2006.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Os autores agradecem o apoio financeiro do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica do CNPq- PIBIC, ao CNPq e à FAPESP.