

## Construção de um Sistema LIBS Assistido por Atomização Eletrotérmica em Filamento de Tungstênio.

Lucas Mariano da Cunha e Silva (PG), Fabiano Barbieri Gonzaga (PQ) e Celio Pasquini (PQ).

Grupo de Instrumentação e Automação, Instituto de Química, UNICAMP.

Palavras Chave: LIBS, filamento de tungstênio, atomização eletrotérmica, espectroscopia de emissão.

### Introdução

Embora a sensibilidade obtida para amostras líquidas analisadas por LIBS seja geralmente menor que aquelas das técnicas mais consolidadas, tais como ICP AES ou AAS, limites de detecção na faixa de ppm são possíveis para muitas análises. Apesar disso, experimentos com LIBS em líquidos têm sido realizados em menor quantidade em relação a experimentos em sólidos.

Este trabalho teve como objetivo a construção de um sistema LIBS assistido por atomização eletrotérmica em filamento de tungstênio para análise de amostras líquidas, visando alcançar uma melhor sensibilidade que aquela relatada até o momento.

Em princípio, incidindo-se o pulso do laser sobre a amostra atomizada pelo filamento de tungstênio, deve-se obter um melhor aproveitamento da energia no processo de excitação, levando a uma maior sensibilidade.

### Resultados e Discussão

Foi construído um sistema LIBS assistido por atomização eletrotérmica utilizando filamento de tungstênio. O filamento de tungstênio (150 W, 15 V) utilizado como meio de atomização é o mesmo utilizado em lâmpadas OSRAM de retroprojetores. Como célula de amostragem, foi utilizado um tubo de vidro soldado e, para o controle do forno de atomização, foi adquirida uma fonte de alimentação chaveada controlada via porta paralela do microcomputador. Um laser de Nd:YAG operando a 342,5 mJ por pulso em 1064 nm foi utilizado. As intensidades foram acessadas por um policromador echelle (ME 5000/iStar DH734) e um detector ICCD (Andor).

Os pulsos de radiação foram focalizados com o uso de uma lente com distância focal = 10 cm. Um programa de aquecimento para atomização da amostra no forno do filamento de tungstênio foi utilizado. A voltagem de 0,7 V por 20 s foi utilizada para evaporar a água da amostra, a voltagem de 2,0 V por 15 s foi utilizada para a pirólise e a terceira voltagem (15 V por 1 s) foi utilizada para atomização da amostra.

Soluções de sódio (10 µL) na faixa de concentração de 5-50 ppb foram usadas para

realização de testes. Para estes testes os valores de alguns parâmetros foram fixados. Estes valores foram: temperatura do detector = -10 °C; tempo de atraso para início da detecção = 2 µs; tempo de integração = 10 µs; QS delay = 195 µs e tempo entre atomização e pulso do laser em 100 ms. A Figura 1 mostra o sistema construído.

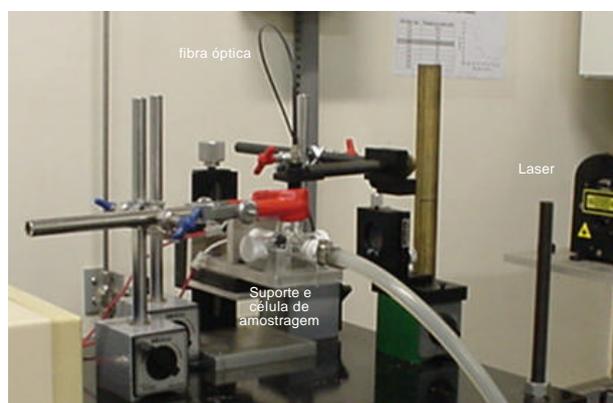


Figura 1. Foto do detalhe da célula de amostragem do sistema LIBS construído.

Um dos principais problemas verificado nesta etapa do trabalho refere-se a sincronização entre o instante da atomização e o pulso de laser na nuvem atômica formada. A duração do processo de atomização pelo filamento está na faixa de 50 ms a 200 ms. Este problema foi abordado construindo-se um circuito sincronizador acoplado à fonte do laser.

Como a concentração da amostra está na faixa de ppb, este resultado mostra que o sistema que está sendo desenvolvido para amostras líquidas, apresenta grande potencial de aplicação em análises de amostras reais com limites de detecção menores do que aqueles comumente obtidos pela técnica LIBS convencional.

### Conclusões

O sistema de LIBS assistido por atomização eletrotérmica descrito apresenta alguns resultados promissores, entre eles, o registro de linhas de Na em concentrações relativamente baixas (5-50 ppb). Entretanto ainda se detectam problemas na reprodutibilidade, em geral em torno de 20 %, apesar desse valor estar dentro do esperado pela técnica LIBS e pela faixa de concentração dos padrões.

## **Agradecimentos**

CNPq e FAPESP