

Otimização do atraso entre pulsos em um sistema LIBS Pulso Duplo para aplicação em solos.

Ivan L.O. Perazzoli^{*1,2}, Gustavo Nicolodelli¹, Renan A. Romano^{1,3}, Bruno S. Marangoni² and Débora M. B. P. Milori¹.

1.Embrapa Instrumentação . Rua XV de Novembro, 1452 . CEP 13560-970 - São Carlos/SP; *ivanperazzoli@hotmail.com

2.Departamento de Física, Universidade Federal de São Carlos - São Carlos/SP;

3.Instituto de Física de São Carlos. Universidade de São Paulo - IFSC-USP-São Carlos/SP.

Palavras Chave: LIBS, Solo e Pulso-Duplo.

Introdução

A técnica de espectroscopia de emissão ótica com plasma induzido por laser (LIBS, do inglês Laser Induced Breakdown Spectroscopy) é uma técnica analítica conhecida pela versatilidade amostral, podendo ser aplicada em amostras sólidas, líquidas e gasosas. LIBS apresenta uma baixa sensibilidade em relação a outros métodos de espectrometria e tem sido empregada com sucesso para qualificar e quantificar elementos presentes em solo. A fim de melhorar a sensibilidade da técnica, foi feito um estudo de otimização de um sistema LIBS-Pulso Duplo (PD) no qual se utiliza um segundo pulso de laser no qual é aplicado após um tempo de atraso do primeiro pulso do laser, chamado *interpulse* de separação (atraso entre pulsos), re-excitando à região onde o plasma foi gerado pelo primeiro pulso e, em alguns casos, também a superfície da amostra. Deste modo, a sensibilidade LIBS pode ser melhorada com um uso de PD devido a uma excitação adicional do plasma gerando um aumento da intensidade do espectro de emissão.

Resultados e Discussão

Foram preparadas pastilhas de solos amazônicos com aproximadamente 2 mm de espessura, 1 cm de diâmetro e 0.5g em massa para as análises instrumentais. O sistema LIBS-PD usado é composto de dois lasers de Nd:YAG pulsado com diferentes comprimentos de ondas, um centrado em 1064 nm (IR) e outro centrado em 532 nm (Verde), com energia fixa em 45 mJ cada. Para detecção e seleção de comprimentos de onda utilizamos um espectrômetro de alta resolução com fibras ópticas (ARYELLE 400-Butterfly). A otimização foi feita variando o tempo de detecção do plasma (Tempo de atraso) e o atraso entre pulsos do sistema através da realização de dez medições para cada parâmetro em posições diferentes da amostra, sendo que o primeiro pulso de laser foi o Verde seguido do IR. Além disso, um estudo comparativo LIBS-PS e LIBS-PD foi realizado após a otimização usando o laser Verde com energia de pulso fixo em 90 mJ. O fundo dos espectros LIBS foram corrigidos pela subtração da região média de ruído perto da linha de emissão elemento. Os resultados foram baseados nos domínios obtidos a partir do ajuste de Lorentz por um pico no espectro de cada um e, em seguida, fazendo a média das áreas. A Figura 1 mostra as variações das intensidades da linha (Cl, 247,86 e FeII 238,84) como uma função do tempo de atraso (a) e do atraso entre pulsos em (b). Com o atraso entre pulsos fixo, uma diminuição da intensidade de ambas as linhas foi observado na figura 1a). A figura 1b) mostra que, em um tempo de atraso fixo a intensidade da linha foi maior perto do valor de interpulso em 1500 ns.

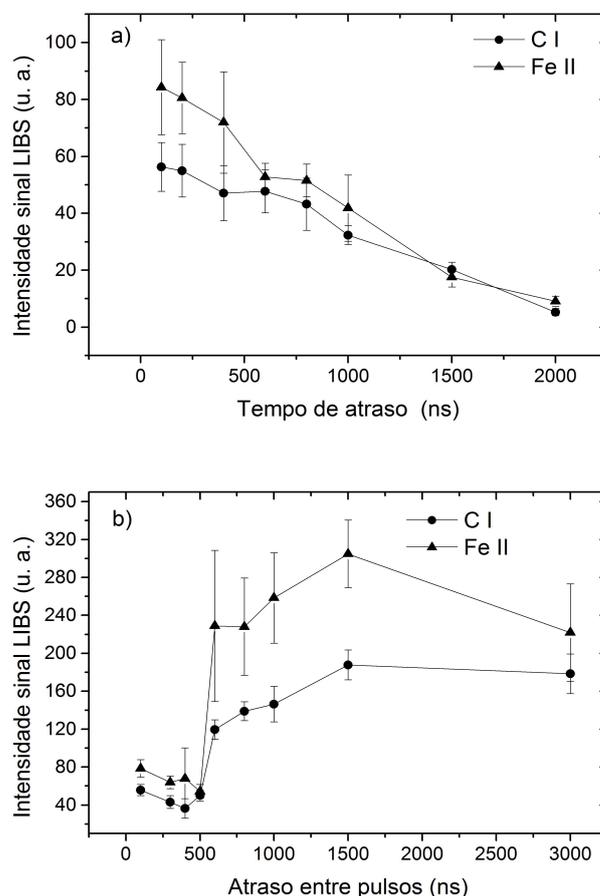


Figura 1. Intensidade de emissão da linha (C I, 247.86 e Fe II, 238.84) (a) em função do tempo de atraso e (b) em função do atraso entre pulsos.

Conclusões

Com este estudo observamos que é possível melhorar a sensibilidade da técnica LIBS utilizando um sistema LIBS-PD. As intensidades das linhas de emissão utilizando a configuração LIBS-PD foram cerca de 5 vezes maior do que os obtidos utilizando LIBS-SP.

Agradecimentos

Agradeço a todos os colaboradores, CNPq, Fapesp e à Embrapa pelo apoio financeiro.

D.W. Hahn and N.Omenetto, Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS), Part I: Review of Basic Diagnostics and Plasma-Particle Interactions: Still-Challenging Issues Within the Analytical Plasma Community, Appl. Spectrosc 64, 335A-366A (2010)
G. Nicolodelli, B.S. Marangoni, J.S. Cabral, P.R. Villas-Boas, G.S. Senesi, C.H. Santos, R.A. Romano, A. Segnini, Y. Lucas, C.R. Montes, D.M.B.P. Milori. Appl. Optics 53, 2170-2176 (2014).

