

CARACTERIZACION DE ADSORBENTES POR ESPECTROSCOPIA DE PLASMA INDUCIDO POR LASER

Giselle Acosta Beraja¹, Lucía Cristóforo¹, Ignacio Andreoni¹, Andrea Saralegui¹, Natalia Píol^{1,2}, Néstor Caracciolo¹, Susana Boeykens¹

¹Universidad de Buenos Aires - Facultad de Ingeniería - Laboratorio de Química de Sistemas Heterogéneos (LaQuíSiHe), Av. Paseo Colón 850, CABA, C1063ACV.

²Universidad de Buenos Aires - CONICET

e-mail: laquisihe@fi.uba.ar

10) Química Ambiental

Introducción

La remoción de contaminantes de sistemas acuosos empleando técnicas adsorptivas es actualmente un recurso en expansión pues presenta un gran potencial, caracterizándose principalmente por el empleo de materiales de bajo costo, no tóxicos y en muchos casos biodegradables. Para estudiar el grado de remoción de los contaminantes generalmente se mide la concentración remanente en la solución y por diferencia se calcula la cantidad adsorbida en el sólido. De otro modo, deberían utilizarse métodos de extracción o incluso destructivos del sólido para realizar una determinación directa del contaminante retenido en el mismo. La técnica de espectroscopia de plasma inducido por láser (LIBS) es una técnica novedosa que brinda información directa sobre la composición del sólido en estudio. El proceso físico principal que forma la esencia de la tecnología LIBS es la formación de plasma de alta temperatura inducida por un pulso de láser corto. Cuando el haz del láser es enfocado sobre la superficie de la muestra, un pequeño volumen de masa de la muestra se *ablaiona* (es decir, se destruye a través de mecanismos térmicos y no térmicos) en un proceso conocido como ablación por láser [1,2]. Esta masa separada por ablación interactúa con el pulso del láser para formar un plasma de alta energía que contiene electrones libres, átomos excitados e iones. Cuando el láser deja de emitirse, el plasma empieza a enfriarse. Durante el proceso de enfriamiento, los electrones de los átomos e iones en estados electrónicos excitados empiezan a volver a sus estados fundamentales, haciendo que el plasma emita luz con picos espectrales discretos. La luz emitida por el plasma se recoge y se acopla con un módulo detector de ICCD/espectrógrafo para su análisis espectral.

Objetivo:

El objetivo general de este trabajo fue optimizar las técnicas de preparación de muestra y calibración del equipo de espectroscopia de plasma inducido por láser (LIBS) para la caracterización química de muestras de adsorbentes antes y después de ser sometidos a los procesos de adsorción en estudio.

Desarrollo:

Se trabajó con muestras de dolomita e hidroxiapatita antes y después de la adsorción de fosfatos, cromato, plomo y cobre.

El primer paso para proceder a la identificación y cuantificación de los diferentes componentes de la muestra en estudio es la preparación de pastillas de cada material, que permitan realizar correctamente la medición. Las muestras se molieron, se tamizaron y luego se dividieron en porciones de distinto tamaño de partícula (entre 0,05 y 1,5 mm), en cada caso se realizaron una o más pastillas utilizando una prensa de 10 Ton de presión durante unos 3 minutos y un film plástico. Una vez logradas las pastillas se procedió a la determinación del espectro LIBS para cada muestra en estudio. Las mismas fueron colocadas dentro del equipo y se realizó la determinación correspondiente. Después de realizados los espectros, se procedió a corregir la línea de base utilizando el software Fityk 0.9.8 [3]. La corrección de la línea de base también tuvo en cuenta la presencia de multipletes en el espectro o las bandas Swan, caso particular que se presenta en muestras con gran contenido de carbono en presencia de aire.

Luego se procedió al análisis elemental de picos. Primero, se identificaron las líneas de los elementos presentes en la muestra que el software 000LIBS arroja.

Con la ayuda del Fityk se detectaron las longitudes de onda máximas de los picos y se corroboró si estas podían pertenecer a absorciones de elementos que la muestra contenía con la ayuda de la base de datos del NIST.

Con esta información se confeccionó una base de datos adaptada al equipo y a las muestras generalmente analizadas.

Con el fin de cuantificar los componentes presentes en cada muestra, se compararon distintas funciones para la integración del área bajo cada pico, tales como las funciones Gaussiana y Lorentziana. En ambos casos se eligió el método de ajuste recomendado por el software Levenberg- Marquardt (Figura 1).

Finalmente, tanto para hidroxiapatita como para dolomita se eligió la función Gaussiana ya que se observó que su base es más estrecha lo que se traduce en un menor error.

Conclusiones

Las determinaciones realizadas sobre diferentes materiales utilizando el equipo LIBS y el software Fityk 0.9.8 permitió realizar determinaciones multielementales de manera cuali y cuantitativa sin tener información previa de los componentes de la muestra.

Esto resultó de gran ayuda para las investigaciones debido a la velocidad del análisis.

Se espera continuar utilizando esta técnica con distintos adsorbentes y para varios contaminantes.

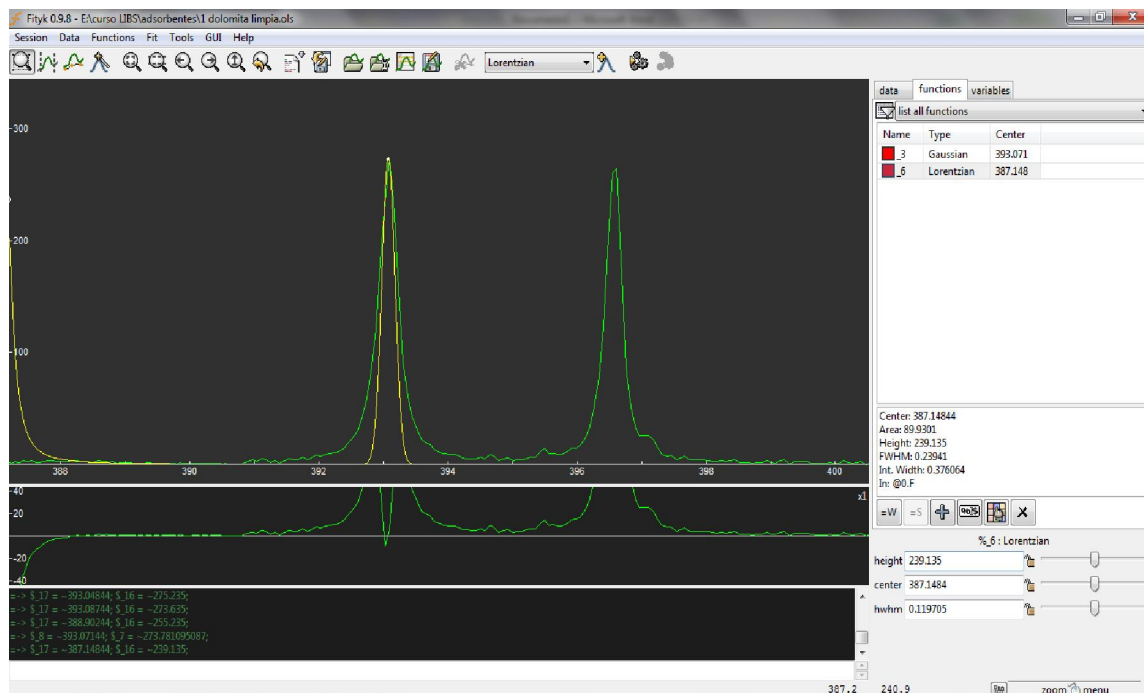


Figura 1: Pantalla de Fityk con ajuste de pico gaussiano

Referencias

- [1]. Brech, F.; Cross, L. (1962). Optical Microemission Stimulated by A Ruby Laser. *Appl. Spectrosc.*, 16, 59.
- [2]Radziemski, L.J. (2002). From LASER to LIBS, the Path of Technology Development. *Spectrochim. Acta B*, 57, 1109-1113.
- [3]Wojdyr, M. (2010). Fityk: a general-purpose peak fitting program *J. Appl. Cryst.* 43, 1126-1128.