

## ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ICP EN MATERIALES DE INTERÉS TECNOLÓGICO: CARBÓN

O. Aya-Ramírez, E. Mejía, R. Cabanzo, J. Fonseca, D. Padilla.  
Universidad Industrial de Santander  
Escuela de Física. LEAM A.A. 678 Bucaramanga  
e-mail: oaya@uis.edu.co

### RESUMEN

La Espectroscopia de Emisión en Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-AES) es un campo de investigación del Laboratorio de Espectroscopia Atómico-molecular de la UIS. El sistema instrumental ICP-AES ha sido implementado a partir de un espectrómetro Jarrell-Ash tipo EEbert de 3.4m. al cual se han adaptado sistemas de detección optoelectrónica: arreglo de fotodiodos y detector CCD, paralelamente se han desarrollado los algoritmos de control del proceso, toma y procesamiento de datos espectroscópicos. La Espectroscopia ICP-AES utiliza normalmente observación radial de la descarga, sin embargo, la observación axial tiene características que la hacen muy favorable para algunos casos. Se ha diseñado un montaje instrumental que nos permite alternar la observación radial y axial de la descarga sin desplazamiento de la antorcha. Aquí reportamos las características actuales de trabajo del sistema y la calidad de los resultados del proceso analítico aplicado al análisis de elementos en carbones.

### ABSTRACT

ICP-AES is one of the research activities of the Laboratory for Atomic and Molecular Spectroscopy UIS. We have assembled our ICP-AES around of 3,4m Ebert Jarrell Ash Spectrometer. We have adapted optoelectronic detection systems, photodiode array and CCD detector to the spectrometer. The necessary algorithms for instrumental control, data acquisition and spectroscopic processing have been developed. Normal ICP-AES sees the plasma discharge radially. Axial observation offer characteristics that make it very appropriate for certain determinations. That's why we have developed an instrumental design that allows us to use alternatively radial or axial observations of the plasma discharge without torch displacement. We are reporting here the actual work characteristics of our method and the results of the analytical processes applied to element determination in Coal.

### INTRODUCCIÓN

El Plasma generado por Acoplamiento Inductivo de RF (ICP), se ha convertido en los últimos años en una de las fuentes de excitación más importante en Espectroscopia de Emisión Atómica (**ICP-AES**). El desarrollo actual de la espectroscopia de emisión atómica la ubica como una de las metodologías más sensibles y precisas [1,2]. El Arreglo de Fotodiodos y la cámara CCD se han impuesto definitivamente como los componentes básicos de los detectores espectroscópicos modernos. [2,3,4,5,6]. Nuestro grupo ha implementado un sistema de Espectroscopia de Emisión en Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-AES). Paralelamente se han desarrollado los algoritmos de control del proceso, toma y procesamiento de datos espectroscópicos. El sistema ha sido ensamblado con base en un Espectrómetro de Emisión de alta resolución (Jarrell-Ash Tipo Ebert-3.4m) al cual hemos dotado de un sistema de detección optoelectrónica (arreglo de fotodiodos y detector CCD) y una fuente de excitación de Plasma generado por Acoplamiento Inductivo

de Radiofrecuencia (ICP). Aquí reportamos los últimos resultados del método espectroscópico aplicado al análisis multielemental de trazas en materiales de importancia tecnológica, en nuestro caso el Carbón. Igualmente se informa sobre la posibilidad de observación del plasma con dos proyecciones alternativas: radial y axial [6,7]

El grupo se propone la implementación de la técnica de ablación láser como el procedimiento más moderno de muestreo de materiales de interés tecnológico para su estudio espectroscópico de elevada resolución espacial y temporal. La introducción de ésta técnica, nos da la posibilidad de adelantar investigación en espectroscopía de Superficies sobre sistemas de complejidad variable, materiales tecnológicos, substratos biológicos, y aun determinaciones in situ sobre especímenes especiales o de mucho valor.

#### **MONTAJE EXPERIMENTAL**

El Sistema se ha desarrollado alrededor de un Espectrógrafo Jarrell-Ash de 3,4m con rejilla de 590 líneas/mm, dispersión 0.5 nm/mm en 1er orden. La detección se ha realizado con una cámara CCD y un arreglo de fotodiodos instalados en el plano focal del espectrómetro, las señales analógicas del detector son captadas como datos digitales en un PC por medio de una tarjeta. Se desarrollaron algoritmos para control del proceso, toma y procesamiento de datos. Las características de este sistema ya han sido reportados en trabajos anteriores [7,8]. El proceso de excitación por Plasma se inicia con la generación del plasma, por acoplamiento del campo RF a la superficie externa de un gas inerte (Ar). La energía es transferida hacia el canal central a lo largo del cual se inyecta la muestra a analizar mediante un nebulizador, allí la muestra sufre un proceso secuencial de desolvatación, evaporación, disociación, excitación e ionización (figuras 1 y 2).

El control de parámetros tales como la Potencia, Frecuencia del campo RF, flujos de gases para generación del plasma, confinamiento, enfriamiento e inyección de la muestra, determinan en gran medida la estructura espacial del plasma. De otra parte, las características de la muestra pueden de una u otra forma afectar las características del plasma, este fenómeno se conoce normalmente como efecto matriz. Los procesos de excitación e ionización se tratan mediante el modelo de equilibrio termodinámico local, con base en estos estudios se ha establecido que en un plasma de argón a condiciones normales (~1.2 Kw, flujos del orden de 12 l/min) el proceso global de generación, excitación e ionización ocurre así: excitación atómica por recombinación ion-electrón en el volumen total del plasma, generación y excitación de iones por proceso Penning en las capas externas del cono plásmico y excitación de iones por impacto electrónico en el canal central del cono[1]. Estas predicciones permiten seleccionar la posición óptima de observación espectral para las especies de interés. En el cono plásmico se identifican tres regiones de interés; zona de atomización, zona de ionización y zona de Recombinación (figura 2).

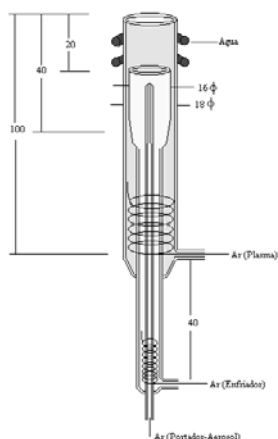


Figura No.1 Antorcha Plasma

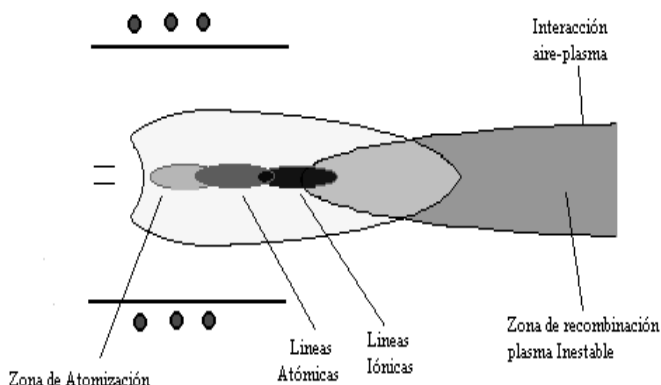


Figura No.2 Cono Plásmico

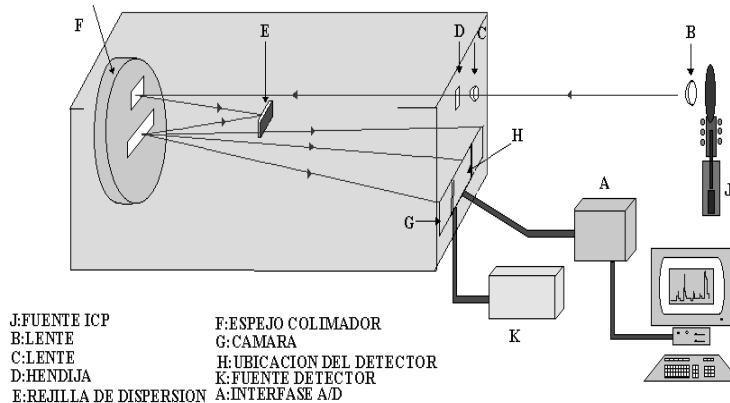


Figura No.3 Sistema Espectroscópico Total ICP-AES

El espectro emitido es captado mediante sistemas ópticos apropiados ( Lentes o Fibras ópticas) y conducido al Espectrómetro que lo separa en sus componentes espectrales. Las señales son capturadas por el detector múltiple de arreglo de fotodiodos y almacenadas finalmente el PC. El diagrama de la figura 3 muestra esquemáticamente el sistema total.

### RESULTADOS

La determinación de Elementos a nivel de trazas es de particular importancia en la tecnología de materiales, y como ejemplo reportamos el análisis elemental de carbones[2]. Se ha probado el sistema en muestras de carbón de diferentes regiones del país. El análisis se realizó en fase sólida sobre las cenizas a altas temperaturas (HTA) de las muestras

estudiadas. Los análisis cualitativo y cuantitativo se realizan en forma totalmente computarizada utilizando algoritmos desarrollados en el laboratorio.

La figura 4 presenta un espectro de emisión de las cenizas del Carbón de Tasajeros en la región 3900 a 4030 Å; sobre el cual se ha realizado un análisis cualitativo. Se pueden apreciar en el espectro líneas analíticas del Ca y el Sr. La tabla 1 muestra los resultados obtenidos en el presente estado de desarrollo, demostrando la eficiencia en el estudio espectroscópico de sistemas de interés tecnológico.

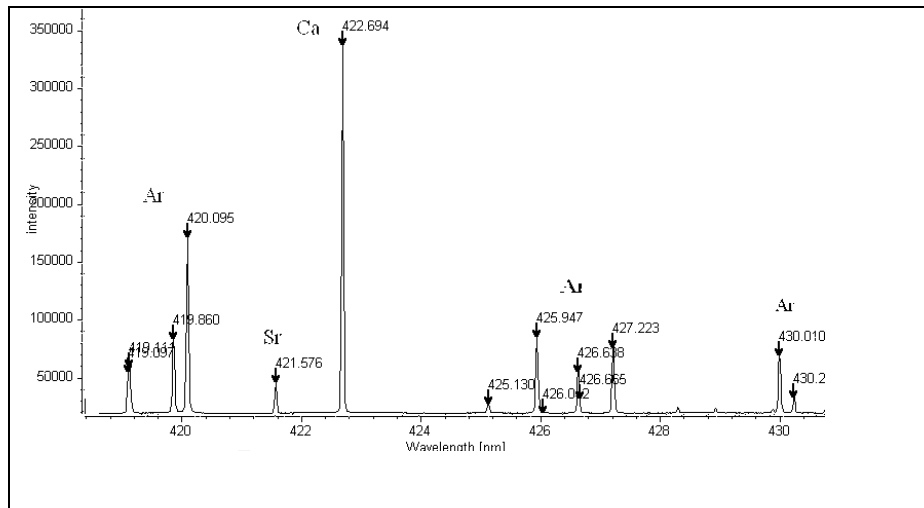


Figura No.4 Análisis Cualitativo del Carbón Tasajeros en la Región Espectralde 3900.06 a 4030.23 Å.

#### AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo pudo ser desarrollado gracias a la financiación de FONIC (COLCIENCIAS-ECOCARBÓN) y la UIS, bajo el proyecto código 1102-06-068-95.

#### REFERENCIAS

- [1] G. M. Hieftje, G. D. Rayson, J. W. Olesik; Spectrochim. Acta 40B, 167, (1985)
- [2] McGeorge S.W. Salin E.D; Anal. Chem., 53(13), 1270, (1985)
- [3] Y. Talmi, R.W. Simpson; Appl. Optics 19, 1401, (1980).
- [4] G. Horlick; Appl. Spectrosc. 30, 113, (1976).
- [5] Hiller B., Paul P.H; Rev. Scie. Instr. 61, 1808, (1990).
- [6] M. Guevara, R. Cabanzo, S. Rudnikh, O. Aya-Ramirez; Anales XV Congreso Nal. de Física; 599 (1993)
- [7] O. Aya-Ramirez, M. Guevara, R. Cabanzo, S. Rudnikh, E. Mejía; Quím. Anal. 15, 157 (1996)