



II Workshop sobre Laser em
Química Analítica

*2nd Workshop about Laser in
Analytical Chemistry*

Programação Científica e
Livro de Resumos

*Scientific Program and Book
of Abstracts*

<http://www.wlqa.ufscar.br>

[facebook.com/wlqa2015](https://www.facebook.com/wlqa2015)

e-mail: worklaser2015@gmail.com

São Carlos, São Paulo, Brasil

São Carlos, São Paulo State, Brazil

27 a 31 de julho de 2015

July 27-31, 2015

ESTUDO DO FÓSFORO EM FERTILIZANTES UTILIZANDO A TÉCNICA LIBS: COMPARAÇÃO ENTRE LIBS CONVENCIONAL E PULSO DUPLO

Ivan L. O. Perazzoli¹ (IC), Gustavo Nicolodelli¹ (PG), Bruno S. Marangoni²(PQ), Paulo C. Teixeira³(PQ), Vinicius M. Benites³ (PQ), Débora M. B. P. Milori^{1*} (PQ)

¹Embrapa Instrumentação, Rua Quinze de Novembro, 1452, 13560-970, São Carlos, SP.

²Universidade Federal de São Carlos, 13565-905, São Carlos, SP

³Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico 1024, 22460-000, Rio de Janeiro, RJ, Brazil.

*debora.milori@embrapa.br.

Palavras-chave: LIBS, pulso duplo, fertilizantes, limite de detecção.

Introduction

O fósforo (P) é um dos nutrientes mais importantes para agricultura, principalmente em solos tropicais. O desenvolvimento de técnicas e métodos precisos, rápidos e de baixo custo para o monitoramento do P em fertilizantes teria um grande impacto econômico e ambiental. A técnica de espectroscopia de emissão ótica com plasma induzido por laser (LIBS, do acrônimo em inglês "Laser Induced Breakdown Spectroscopy") tem grande potencial de aplicação nesse ramo agroambiental devido ao fato de ser técnica analítica versátil e rápida [1]. Um revés que a técnica LIBS apresenta é a baixa sensibilidade de detecção quando comparada a outros métodos de quantificação. Uma das alternativas para suprir essa carência seria utilizar um sistema LIBS com pulso duplo (LIBS-PD). Neste trabalho foi realizado um estudo comparativo de um sistema LIBS pulso simples (LIBS-PS) e um sistema LIBS-PD. O trabalho teve como objetivo principal utilizar um sistema LIBS-PD com a finalidade de avaliar a sensibilidade da técnica, visando o aumento do limite de detecção (LOD) do Fósforo presente em amostras de fertilizantes. Os resultados mostram que o LOD diminuiu de 0,55 % para 0,21 % comparando LIBS-PS e LIBS-DP, evidenciando um claro ganho de eficiência analítica.

Materials and Methods

Ao todo, 23 pastilhas de fertilizantes foram preparadas. O sistema LIBS-PD utilizado é composto por dois lasers de Nd:YAG pulsado com diferentes comprimentos de ondas (1064 nm e 532 nm). A energia por pulso foi fixada em 45 mJ para cada feixe. O atraso entre pulsos era de 500 ns e o tempo de atraso em relação ao espectrômetro foi de 500 ns. Para o sistema LIBS-PS foi usado um laser de 532 nm com energia de pulso fixada em 90 mJ e com 1 μ s de tempo de atraso em relação a aquisição do espectrômetro. Para detecção e seleção de comprimentos de onda utilizamos um espectrômetro acoplado a uma ICCD (ARYELLE 400-Butterfly). Foram obtidos 20 espectros para cada sistema (SP e DP) por amostra. A intensidade do sinal LIBS foi obtida através do cálculo da área dos principais picos de emissão atômica do P por meio do ajuste de uma função lorentziana.

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (OPTIMA 3000 da Perkin Elmer) foi utilizado como técnica de referência para a quantificação do P.

Results and Discussion

A Figura 1 apresenta um gráfico de correlação entre os dados obtidos pelas técnicas LIBS (DP e SP) para linha de emissão P I (213.61 nm) e os dados de referência.

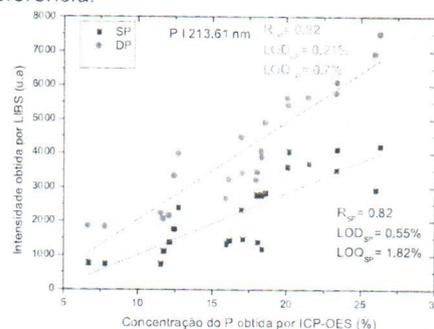


Figura 1. Gráfico de correlação entre a técnica LIBS (PS e PD) e ICP-OES para o P.

O LOD foi obtido pela equação: $LOD = 3\sigma/s$, onde " σ " é o desvio padrão da flutuação do background e " s " é o coeficiente angular de calibração. Os valores obtidos para o LOD foram: 0,55 % para o LIBS-PS e 0,21 % para o LIBS-PD. Esses resultados mostram uma melhora de quatro vezes na sensibilidade da técnica quando utilizamos o LIBS-PD.

Conclusions

Com este estudo observamos que é possível melhorar a sensibilidade da técnica LIBS utilizando um sistema LIBS-PD. Mais estudos estão sendo realizados para comprovar sua eficiência para os demais macro/micronutrientes em fertilizantes.

Acknowledgment

Os autores agradecem ao CNPq, Fapesp (processo 2012/24349-0) e a Embrapa pelo apoio financeiro

¹ Nicolodelli, G.; Marangoni, B. S.; Cabral, J. S.; Villas-Boas, P. R.; Senesi, G. S.; Santos, C. H.; Romano, R. A.; Segnini, A.; Lucas, Y.; Montes, C. R. and Milori, D. M. B. P. Quantification of Total Carbon in Soil Using Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS): a Method to Correct Interference Lines. *Appl. Opt.* 2014, 53, 2170-2176.