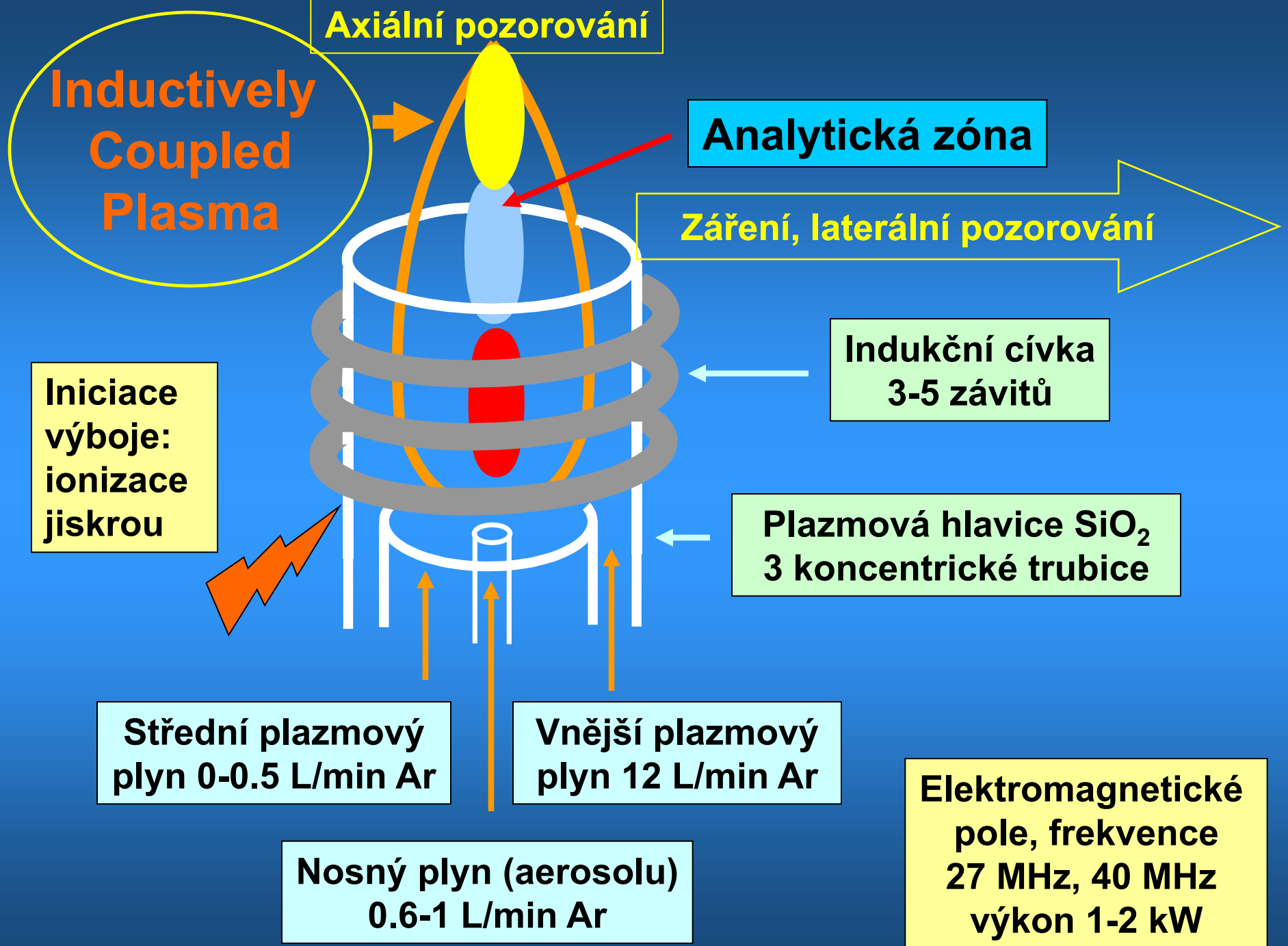


**LA - ICP - OES/MS**

# Indukčně vázané plazma ICP

- Excitační zdroj pro atomovou emisní spektrometrii (ICP-AES), excitace M a M<sup>+</sup>
- Ionizační zdroj pro anorganickou hmotnostní spektrometrii (ICP-MS), 90%-ní ionizace: M<sup>+</sup>
- Atomizační prostředí pro atomovou fluorescenční spektrometrii (ICP-AFS), dokonalá atomizace



Axiální pozorování

Inductively Coupled Plasma

Analytická zóna

Záření, laterální pozorování

Iniciace výboje: ionizace jiskrou

Indukční cívka 3-5 závitů

Plazmová hlavice SiO<sub>2</sub> 3 koncentrické trubice

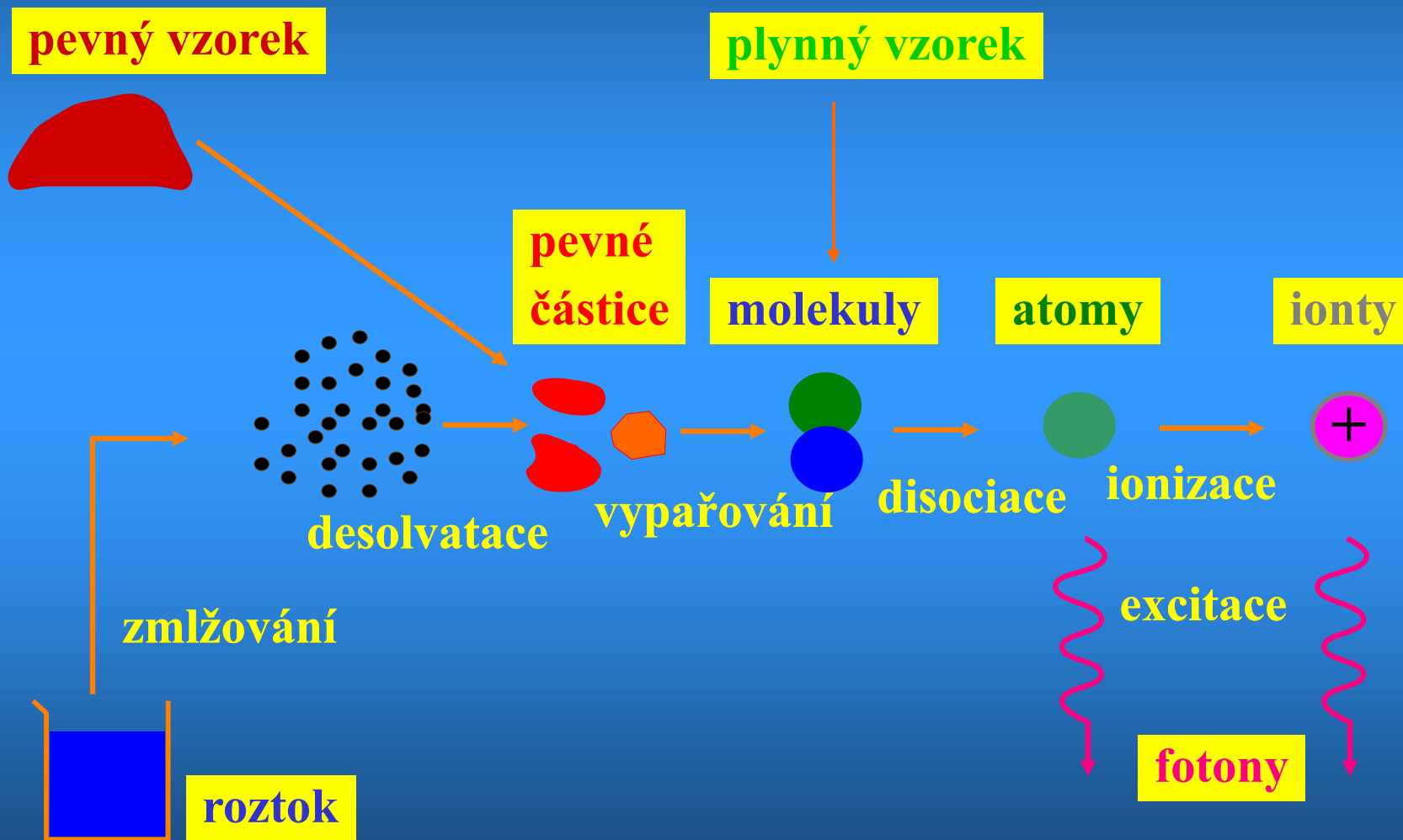
Střední plazmový plyn 0-0.5 L/min Ar

Vnější plazmový plyn 12 L/min Ar

Nosný plyn (aerosolu) 0.6-1 L/min Ar

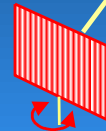
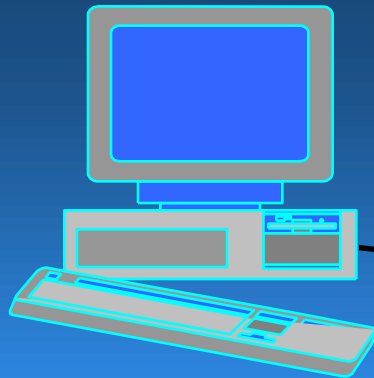
Elektromagnetické pole, frekvence 27 MHz, 40 MHz výkon 1-2 kW

# Tvorba analytického signálu v AES



# ICP-AES

Sběr a zpracování dat  
Detektor (PMT)

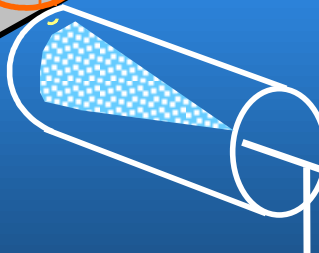
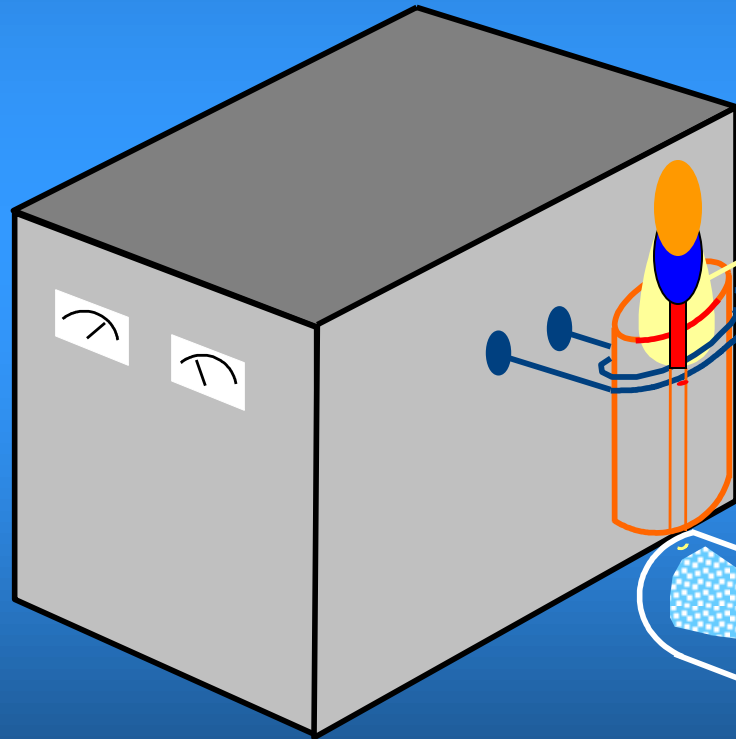


Spektrální přístroj  
(monochromátor)

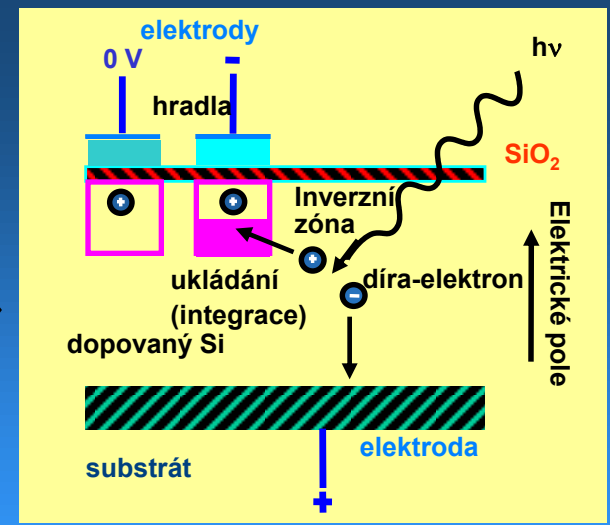
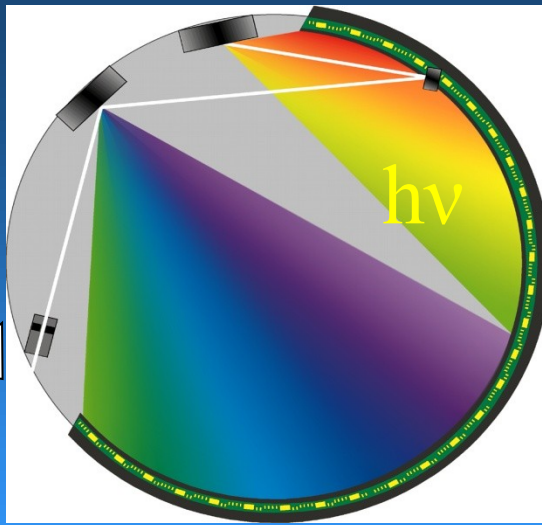
Zdroj ICP

Zavádění vzorku  
zmlžovač

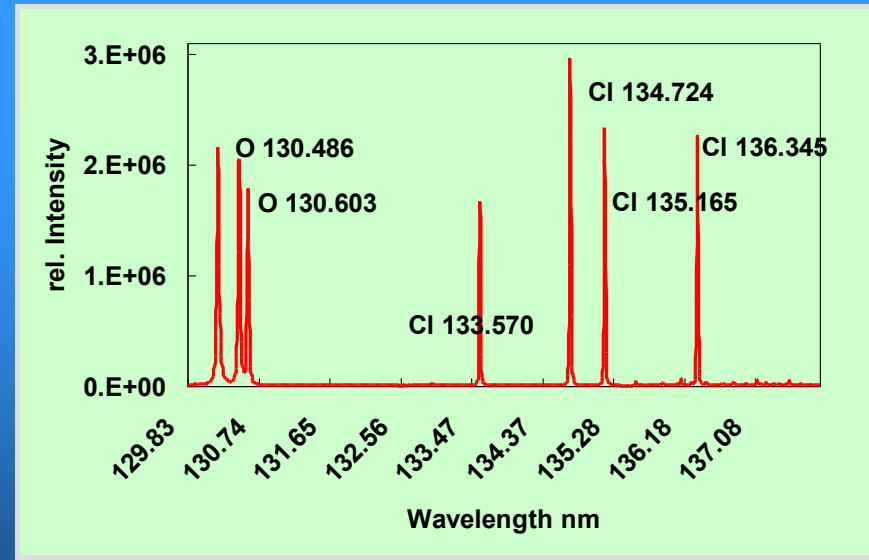
Vysokofrekvenční generátor



ICP



CCD



čárové atomové spektrum prvku

polychromátor

aerosol

nosný Ar

zmlžovač

roztok vzorku

# Použití laseru pro analýzu pevných vzorků

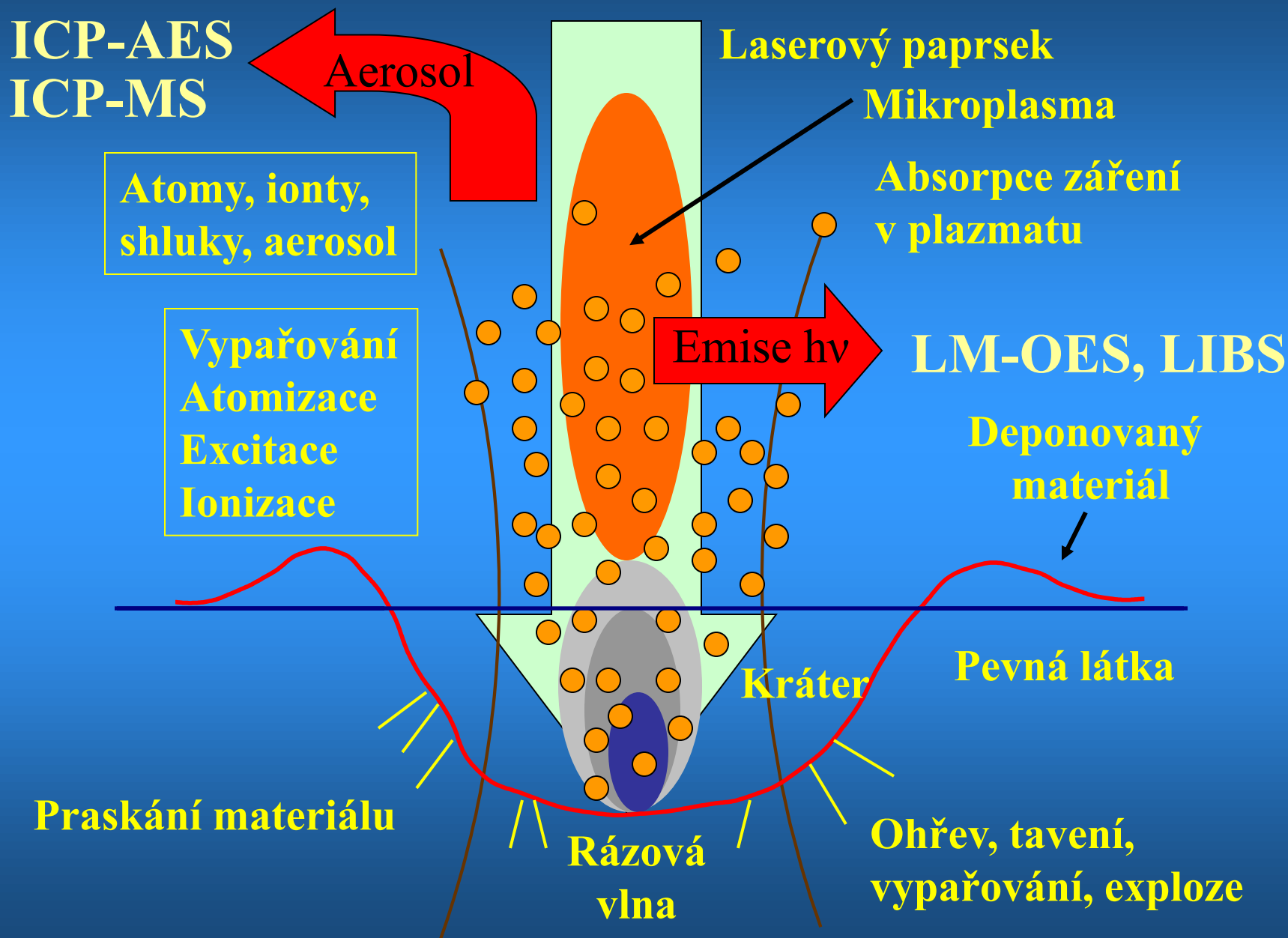
- Důvody

- ☞ Eliminace rozkladu pevných vzorků pro ICP
- ☞ Eliminace vody a kyselin (zdroj spektrálních interferencí v ICP-MS)
- ☞ Lokální analýza, mikroanalýza

- Parametry používaných laserů

- ☞ Pulsní (4-7 ns), 10 mJ-1 J, 10-100Hz,  $d = 5\mu\text{m}$  až 1 mm,  $10^9\text{W}/\text{cm}^2$
- ☞ Pevnolátkové (Nd:YAG, 1064 nm, 266 nm, 213 nm; exciplexové XeF\* 351 nm, KrF\* 248 nm, ArF\*193 nm)

# Interakce laserového záření se vzorkem

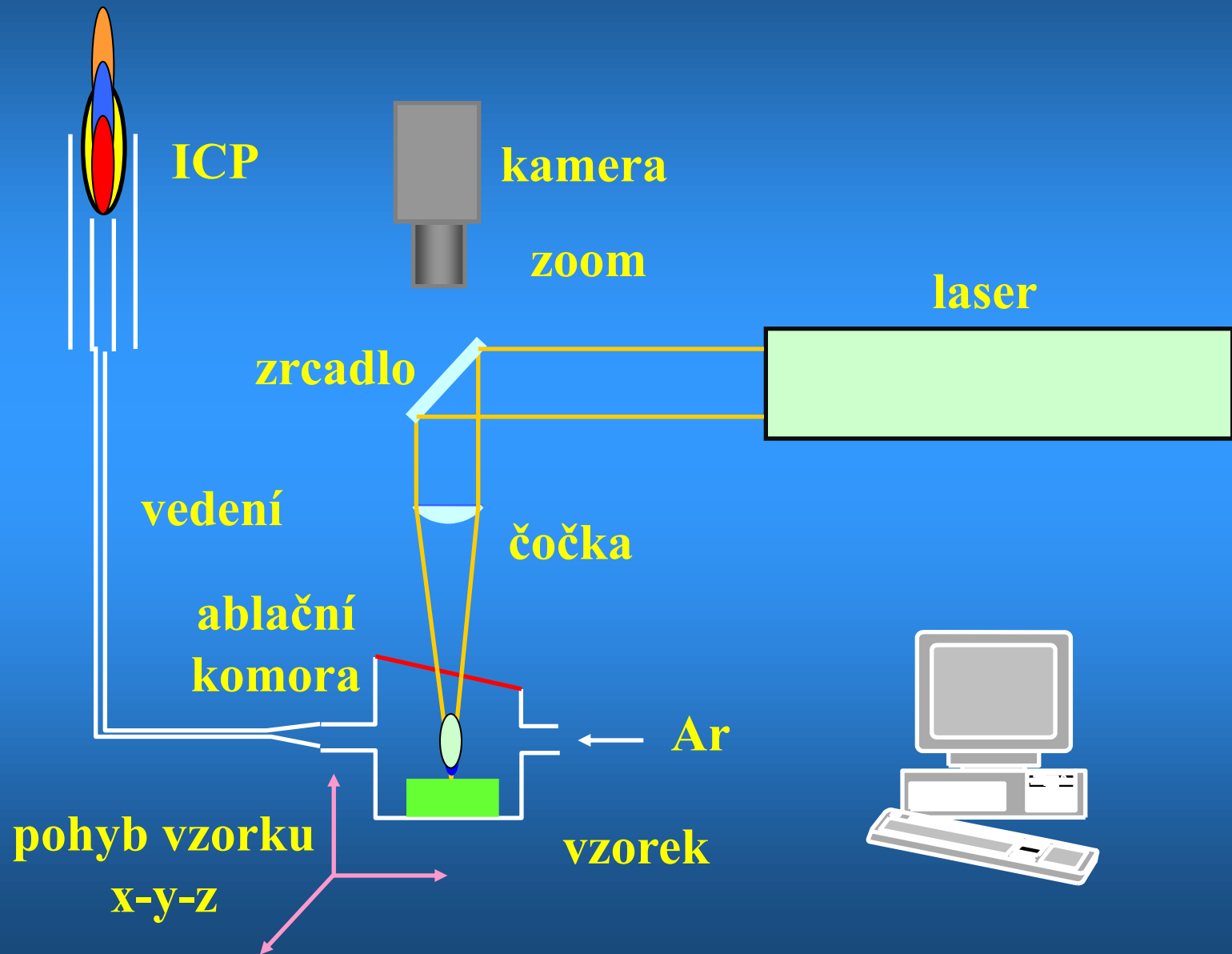




# Spojení laserové ablace (LA) s technikami AES a MS

- LA –ICP- AES, atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem a laserovou ablací
- LA-ICP-MS, hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem a laserovou ablací
- Atomová emisní spektrometrie v laserem indukovaném plazmatu LIP-AES, LIPS, LIBS

# Instrumentace LA-ICP spektrometrie



# Studované parametry LA

- Vlnová délka laserového záření.
- Energie laserového pulsu.
- Zaostření paprsku.
- Frekvence pulsů laseru.
- Tvar dráhy a rychlost pohybu vzorku při ablaci.
- Objem ablační komory.
- Složení nosného plynu

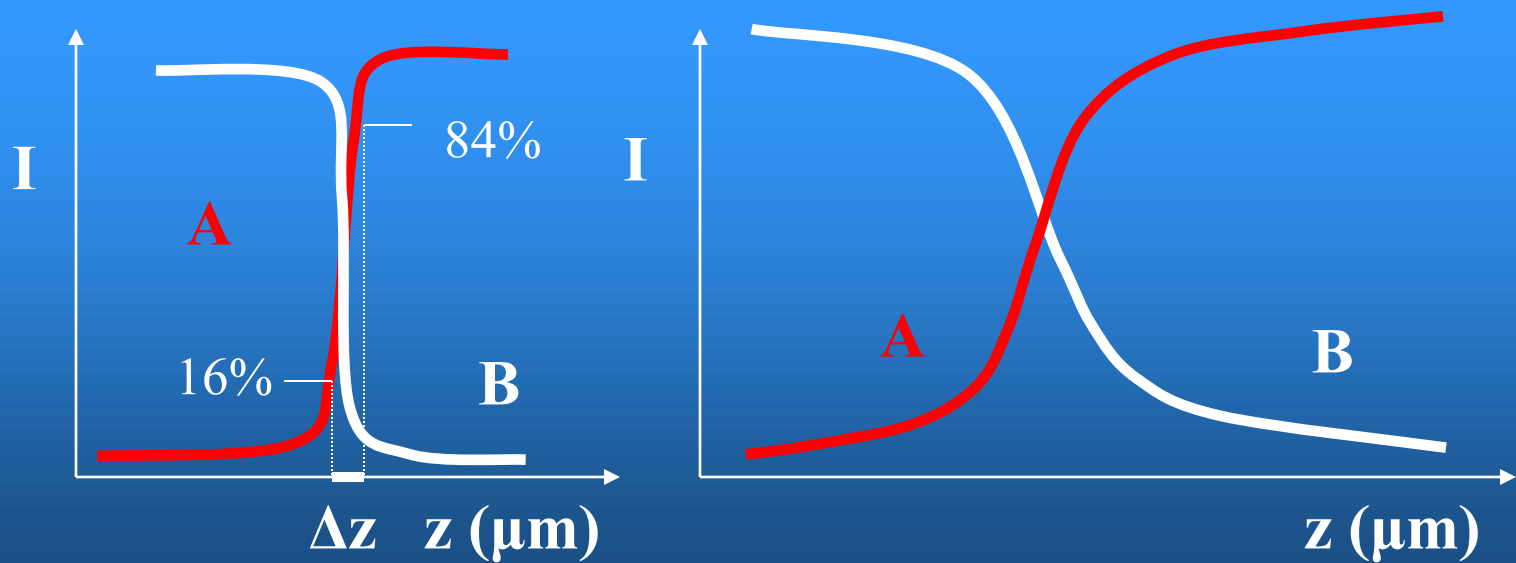
# Využití laserové ablace ve spojení s ICP spektrometrií

- Analýza povrchů a povlaků: lokální analýza, mikroanalýza, plošné mapování (analýza mineralogických výbrusů, nehomogenit v ocelích)
- Stanovení průměrného složení (bulk analysis)
  - ✓ Materiály elektricky vodivé i nevodivé
  - ✓ Kompaktní materiály (ocel, slitiny, sklo, keramika)
  - ✓ Práškové materiály (lisované tablety nebo vytavená skla, např. s Li-boraxem)
- Pořizování hloubkových koncentračních profilů, analýza inkluzí v minerálech

# Analýza hloubkových koncentračních profilů

Vrstvy  $z = XX \text{ nm}$  až  $XX \text{ }\mu\text{m}$  (např. elektrodepozice, žárové nástřiky, napařování...).

Rozhraní: ostré nebo difusní, požadováno hloubkové rozlišení.



# Trendy výzkumu LA

- Využití vlnových délek v UV oblasti (ArF\* 193 nm, Nd:YAG 5. harmonická 213 nm )
- Studium interakce piko- a femtosekundových laserů
- Snahy o modifikování profilu laserového paprsku s cílem homogenního rozdělení energie v průřezu svazku
- Studium zdrojů frakcionace prvků
- „Single-shot analysis“, akvizice dat, ICP-TOFMS
- Hlubkové profily

# LA-ICP-AES pevných vzorků

- Pracovní parametry pulsního laseru Nd:YAG
- Vliv složení nosného plynu v LA-ICP-ES
- Porovnávací prvek v LA-ICP-AES
- Možnosti využití jiskry indukované v atmosféře Ar infračerveným laserem pro LA-ICP-AES
- Vztah mezi akustickým signálem vyvolaným laserovou ablací a optickým signálem v ICP
- Metody analýzy geologických vzorků, půd, skla, resistantní keramiky, oceli a slitin
- Možnosti a omezení Nd:YAG laseru pro pořizování hloubkových profilů vrstev. materiálů

# Perspektivní výzkumné směry

- ICP-MS s laserová ablací
  - ☞ lokální analýza a mikroanalýza geolog. materiálů: izotopová analýza, datování, stopová analýza zrn
  - ☞ hloubkové koncentrační profily povlaků: pokovení, resistantní keramika, vrstevnaté materiály
  - ☞ stopová analýza práškových materiálů: ŽP (půdy)
- ICP-MS ultrastopová analýza velmi čistých látek