

## **Zastosowanie techniki laserowego odparowania z optyczną spektrometrią emisyjną plazmy indukowanej mikrofalowo w analizie farmaceutycznej**

### **Cel ćwiczenia**

- zapoznanie z nowoczesnymi źródłami wzbudzenia;
- zapoznanie z technikami łączonymi stosowanymi w analitycznej spektrometrii atomowej;
- zastosowanie laserowej ablacji (LA) w połączeniu optyczną spektrometrią emisyjną plazmy indukowanej mikrofalowo (MIP OES) w analizie farmaceutycznej

### **Aparatura**

Spektrometr emisyjny wyposażony w plazmowe źródło wzbudzenia. Jako źródło plazmy indukowanej mikrofalowo zastosowano zintegrowany układ generatora mikrofal i rezonatora. Układ składa się z prostokątnej wnęki rezonansowej, która jest bezpośrednio sprzężona z magnetronem za pomocą falowodu. Wnęka mikrofalowa służy do zogniskowania energii mikrofalowej wewnątrz palnika. Rezonator ten pozwala uzyskać plazmę argonową i helową wykorzystując moc od kilkudziesięciu do ok. 300 W. Wnęka rezonansowa jest zespolona z generatorem energii mikrofalowej o częstotliwości 2450 MHz. Generator posiada dwa układy chłodzące: wodny (chłodzenie magnetronu) oraz powietrzny (chłodzenie zewnętrznej ścianki wnęki).

Jednostka do laserowej ablacji LA J 200 (Applied Spectra, USA). Laser neodymowy (Nd:YAG, UV 266nm), częstotliwość powtarzania od 1 do 20 Hz, przy maksymalnej wydajności energetycznej 25mJ. Makrokamera umożliwiająca podgląd całej próbki w komorze, a dzięki mikrokamerze możliwe jest powiększenie fragmentu próbki.

### **Wykonanie (zgodnie ze wskazówkami prowadzącego):**

- przygotowanie wzorców do analizy ilościowej poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworu wielopierwiastkowego;
- przygotowanie próbki badanej do analizy- zważenie, przygotowanie powierzchni;
- doprowadzenie gazów nośnego i plazmowego do obu jednostek (argon i hel);
- uruchomienie spektrometru emisyjnego i zapalenie plazmy mikrofalowej;
- uruchomienie jednostki LA;
- umieszczenie próbki badanej w komorze ablacyjnej;

-wykonanie pomiarów intensywności sygnałów emisyjnych stosując technikę łączoną LA-MIP OES.

**Literatura:**

1. A. Cygański „Metody spektroskopowe w chemii analitycznej”, WNT, Warszawa, dowolny rok wydania.
2. D.A. Skoog i in. „Podstawy chemii analitycznej” tom 2, WNT, Warszawa, dowolny rok wydania.
3. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN, Warszawa, dowolny rok wydania.
4. H. Matusiewicz, M. Ślachciński “A Comparison of ETV and LA for the Determination of Trace Elements in Solid Samples by MIP OES”, *Ecological Chemistry and Engineering S*, 2019, 26(3), pp. 429–441