

УДК 533.9.082, 533.922, 533.924, 621.373.8

ЛАЗЕРНАЯ АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ БИООБЪЕКТОВ И ПОРИСТЫХ ТЕЛ

Воропай Е.С., Ермалицкая К.Ф., Тризнюк Е.Л.

Белорусский государственный университет
Минск, Республика Беларусь

Аннотация. Исследования проводились на лазерном двухимпульсном атомно-эмиссионном спектрометре ЛАЭМС производства кафедры лазерной физики и спектроскопии физического факультета БГУ.

Ключевые слова: лазерная атомно-эмиссионная спектроскопия, лазерная абляция, пористые тела.

LASER ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY OF BIOSAMPLES AND POROUS OBJECTS

Voropay E.S., Ermalitskaia K.F., Triznyuk E.L.

Belarussian State University
Minsk, Republic of Belarus

Abstract. The studies were carried out on a laser double-pulse atomic emission spectrometer LAEMS produced by the Department of Laser Physics and Spectroscopy, Faculty of Physics, BSU.

Key words: laser atomic emission spectroscopy, laser ablation, porous objects.

Адрес для переписки: Ермалицкая К.Ф., пр. Независимости, 4, г. Минск, 220030, Республика Беларусь
e-mail: ermalskaia@gmail.com

Лазерная атомно-эмиссионная спектроскопия (англ. – laser induced breakdown spectroscopy – LIBS) на протяжении последних десятилетий является одним из наиболее распространенных и эффективных методов малодеструктивного элементного анализа. Широкое распространение данного подхода связано с высокой чувствительностью – возможного определения тысячных и десятичных долей процента, малыми количествами вещества, необходимыми для анализа – 10^{-10} г, отсутствием требований к состоянию поверхности, высокая скорость исследования, малый размер кратера (100 мкм), возможность проведения послойного сканирования. Актуальность данного исследования связана с доступностью огромного количества БАДов, витаминных комплексов, которые распространяются через онлайн магазины, а не через аптечную сеть, в которой обязательна сертификация лекарственных средств.

Целью данной работы – было исследование возможностей применения лазерной атомно-эмиссионной спектроскопии для малодеструктивного определения микроэлементов в образцах таблетированных витаминов и рисовых зерен, подвергшихся замачиванию в растворах таблетированных витаминов.

Лазерный атомно-эмиссионный спектрометр. Исследования проводились на лазерном двухимпульсном атомно-эмиссионном спектрометре ЛАЭМС (производства кафедры лазерной физики и спектроскопии физического факультета БГУ) [1]. Основные параметры ЛАЭМС:

– источник возбуждения плазмы – двухимпульсный Nd:YAG-лазер с диодной накачкой, с частотой повторения импульсов $f_{л} = 10$ Гц и длиной волны $\lambda = 1064$ нм;

– длительность импульсов $\tau_{л} \approx 10$ нс;

– межимпульсный интервал $\Delta t = 0-100$ мкс (шаг 1 мкс);

– диапазон анализируемых длин волн $\Delta\lambda = 260-760$ нм;

– энергия лазерного импульса $E_{имп} = 10-100$ мДж.

Специализированное программное обеспечение спектрометра ЛАЭМС позволяет задавать следующие параметры:

– режим одиночных (временной сдвиг между импульсами 0 мкс, т. е. оба импульса воздействуют на поверхность образца одновременно) и сдвоенных лазерных импульсов (временной интервал между импульсами может изменяться в пределах от 1 до 100 мкс с шагом 1 мкс). Следует отметить, что при использовании ЛАЭМС переход от одиночных к сдвоенным лазерным импульсам происходит без изменения суммарной энергии и мощности излучения;

– количество импульсов в точку, при этом можно дополнительно задавать количество импульсов преобжига – импульсов, которые воздействуют на поверхность перед основными, но спектр от них не регистрируется. Использование импульсов преобжига необходимо при исследовании образцов, поверхность которых покрыта видимыми загрязнениями, окислами, ржавчиной, патиной;

– энергию сдвоенных лазерных импульсов и частоту их следования;

– программное обеспечение позволяет перемещать предметный столик с закрепленным образцом в двух плоскостях (вверх-вниз, влево-вправо). Режим «микроскоп» в совокупности со светодиодной подсветкой и прицельным лазером позволяет точно определить метод воздействия лазерного излучения на образец, что является необходимым при исследовании готовых промышленных изделий, предметов искусства и артефактов, ювелирных изделий, образцов, размеры которых не превышают нескольких мм.

Объекты исследования. В работе использовались образцы металлов: магний, железо, цинк.

Образцы таблетированных микроэлементных комплексов: Магнефар В6 (действующие вещества: магния гидроаспарагината тетрагидрат 500 мг, что соответствует 34 мг ионов магния, пиридоксина гидрохлорид (витамин В6) 5 мг), Ферретаб комп (действующие вещества: железа фумарат 152,1 мг, фолиевая кислота 0,5 мг), Цинк + Витамин С (действующие вещества: цинк, не менее 12 мг, витамин С, не менее 90 мг).

Рисовые зерна, подверженные замачиванию в растворах таблетированных микроэлементных комплексах. Для приготовления растворов из каждого таблетированного витаминного комплекса были взяты по 4 таблетки и измельчены. Получившиеся порошки были смешены с водой. Растворы получились высококонцентрированными с выпавшим осадком. В полученных растворах рисовые зерна пролежали 25 часов. Высушенные рисовые зерна поменяли цвет, что свидетельствует о том, что рисовые зерна впитали в себя компоненты таблетированных витаминных комплексов.)

Лазерная атомно-эмиссионная спектроскопия биообъектов и пористых тел. Экспериментально были определены оптимальные значения временного интервала между сдвоенными лазерными импульсами, обеспечивающие максимальное увеличение аналитического сигнала за счет дополнительного возбуждения первичной абляционной плазмы излучением второго импульса. Полученные значения меж импульсных интервалов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Оптимальные значения меж импульсного интервала, обеспечивающие максимальный аналитический сигнал

	Металл	Таблетка	Рис
Магний	8	4	1
Железо	12	5	1
Цинк	10	4	1

Обнаруженные различия в значениях меж импульсного интервала связана с различной плотностью первичной абляционной плазмы, вступающей во взаимодействие со вторым импульсом из сдвоенных. Так для металлов испаряется много вещества, плотность плазмы будет определяться термодинамическими параметрами самого вещества, в то время как при абляции биообъектов и пористых тел плотность плазмы будет зависеть от характеристик неметаллической матрицы, поэтому для риса временной интервал одинаков во всех случаях. Фрагменты спектров чистого магния, таблетированного магния (б), а также риса, обработанного раствором магния (в), приведены на рисунке 1.

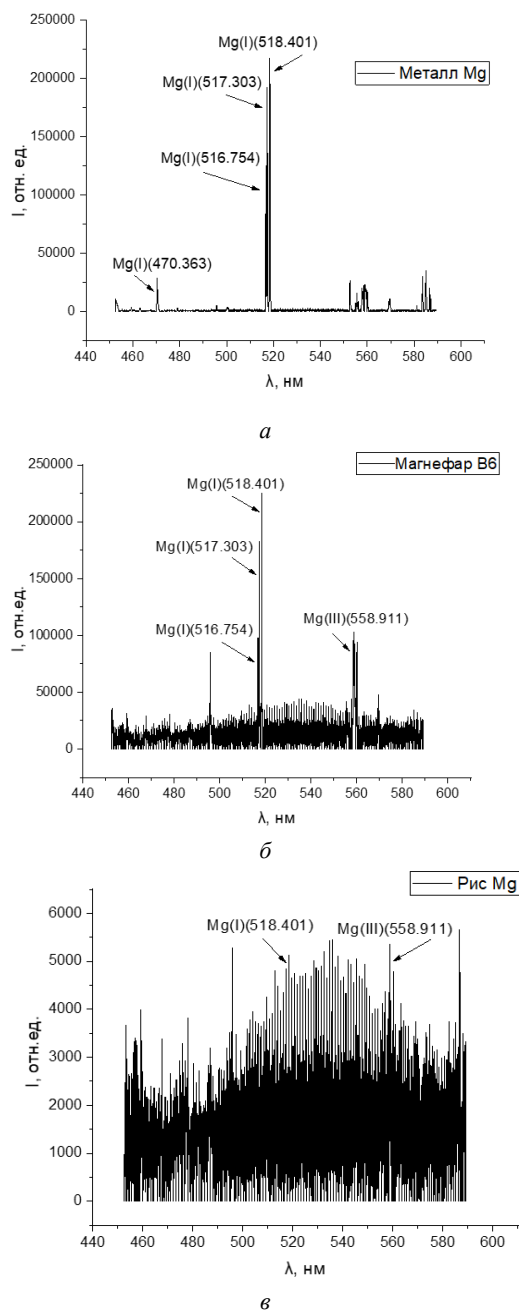


Рисунок 1 – Фрагменты спектров чистого магния (а), таблетированного магния (б), а также риса, обработанного раствором магния (в)

Таким образом, исходя из представленных результатов можно сделать вывод, что лазерная атомно-эмиссионная спектроскопия эффективна не только при проведении элементного анализа изделий из металлов и сплавов, но также пористых образцов и биообъектов, содержание микроэлементов в которых не превышает долей процента.