Пояснительная записка

к важнейшему результату **«Источник возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы»**

История создания источников возбуждения спектров (ИВС) на основе азотной микроволновой плазмы атмосферного давления, используемых для атомно-эмиссионного спектрального анализа, насчитывает уже несколько десятилетий, но до сих пор эти источники уступают по своим характеристикам источникам с индуктивно-связанной плазмой. Значительные проблемы, возникающие при использовании микроволновой плазмы в атомной спектрометрии, связаны прежде всего с низкой эффективностью нагрева плазмой капель аэрозоля пробы, ее дестабилизацией, а также относительно низкой эффективностью нагрева плазмы СВЧ полем по сравнению с высокочастотной аргоновой индуктивно-связанной плазмой, следствием чего являются сравнительно высокие пределы обнаружения, узкий диапазон линейности градуировочного графика, высокие матричные влияния и относительно низкая минерализация анализируемых проб (не более 1-2 %).

Азотная микроволновая плазма, возбуждаемая в созданном ИВС, обладает тороидальной формой и близким к аргоновой индуктивно-связанной плазме размером, благодаря чему обеспечивается наиболее полное (в классе источников возбуждения спектров с микроволновой плазмой) протекание процессов испарения, возбуждения и ионизации вводимой пробы. Путём компьютерного моделирования было проведено исследование ряда конструкций СВЧ резонаторов, позволившее выбрать цилиндрическую форму резонатора с установленным внутри диэлектрическим элементом и их размеры. Исходя из получаемых при взаимодействии различных составляющих СВЧ поля с плазмой форм, выбрана наиболее подходящая мода – H типа в цилиндрическом СВЧ резонаторе с ориентацией вектора поля H параллельно оси горелки и плазмы. Возбуждение микроволновой плазмы полем H типа основано на явлении электромагнитной индукции, согласно которому, напряжение, индуцированное в замкнутом контуре, вызывает электрический ток электронов в газе. Под действием электрического тока в результате столкновений электронов с атомами и молекулами плазмообразующего газа выделяется джоулево тепло. Для уменьшения размеров СВЧ резонатора и увеличения плотности мощности поля в области энерговклада, предложено использовать диэлектрический элемент из СВЧ керамики МСТ-10 с относительной диэлектрической проницаемостью ε = 10.

На основе созданного ИВС с азотной микроволновой плазмой и спектрального прибора «Гранд» (рабочий спектральный диапазон – 190-780 нм, спектральное разрешение 10 пм в области 190-350 нм и 30 пм в области 350-780 нм) разработан экспериментальный образец оптического спектрометра с микроволновой плазмой для одновременного многоэлементного атомно-эмиссионного анализа растворов «Гранд-СВЧ». Аналитические характеристики спектрометра: диапазон линейности градуировочного графика составляет 5 порядков концентраций с использованием одной спектральной линии с расширением до 7 порядков с применением дополнительной линии меньшей интенсивности, что соответствует диапазону спектрометров с индуктивно-связанной плазмой и превышает диапазон существующих спектрометров Agilent MP-AES (4 порядка); максимальная минерализация пробы составляет 10 % мас. (против 1 % мас. у Agilent MP-AES); долговременная стабильность аналитического сигнала, измеренного в течение 6 часов без использования внутреннего стандарта, составляет не более 2 % ОСКО; скорость анализа одной пробы составляет не более 1 минуты; значения пределов обнаружения не уступают спектрометрам Agilent MP-AES и сравнимы с современными спектрометрами с индуктивно-связанной плазмой с радиальным обзором.

Разработанный спектрометр является средством измерения концентраций определяемых элементов в растворах, т.к. он относится к комплексам атомно-эмиссионного спектрального анализа с анализатором МАЭС, зарегистрированным в Государственном реестре средств измерений РФ под № 33011-11.

Публикации:

1. Пелипасов О.В., Лабусов В.А., Путьмаков А.Н., Чернов К.Н., Боровиков В.М., Бурумов И.Д., Селюнин Д.О., Гаранин В.Г., Зарубин И.А. Спектрометр с микроволновой плазмой «ГРАНД-СВЧ» для атомно-эмиссионного анализа //Аналитика и контроль. 2019. Т. 23, № 1. С. 24-34
2. Пелипасов О.В., Лабусов В.А., Путьмаков А.Н. Атомно-эмиссионный спектрометр с азотной микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ» // Аналитика. 2020. Т.10, №2. С.140-146
3. Pelipasov O.V., Polyakova E.V. Matrix effects in atmospheric pressure nitrogen microwave induced plasma optical emission spectrometry // J. Anal. At. Spectrom., 2020, 35, 1389-1394
4. Пат. 2702854 Рос. Федерация. Способ определения содержания элементов и форм их присутствия в дисперсной пробе и её гранулометрического состава / П.В. Ващенко, В.Г. Гаранин, А.А. Дзюба, В.А. Лабусов, О.В. Пелипасов; № 2019108939; заявл. 27.03.2019; опубл. 11.10.2019 Бюл. № 29. 19 с.