

**А.Н. Есауленко, Р.Н. Колпак**

ООО «АЛСИ-ХРОМ», Киев

## **АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР С МИКРОВОЛНОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ ПЛАЗМЫ AGILENT МП-4100**



*Компания Agilent Technologies представляет новый прибор элементного анализа – атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновым возбуждением плазмы МП-4100. Генератор с частотой излучения 2,46 ГГц позволяет проводить нагревание плазмы в атмосфере азота, получаемого из воздуха. Отказ от аргона в качестве плазмообразующего газа кардинально уменьшает расходы по содержанию прибора. Предел обнаружения концентрации элементов – порядка  $10^{-9}$ . Прибор превосходит по быстродействию пламенные атомно-абсорбционные спектрометры и не потребляет горючих газов.*

*Ключевые слова: Agilent Technologies, атомно-эмиссионная спектроскопия.*

В 2010 г. произошло одно из значительных событий на рынке аналитического приборостроения – один из крупнейших производителей аналитических приборов фирма Agilent Technologies поглотила другой известный бренд – фирму Varian. Это дало возможность объединить творческий потенциал и усилия ученых и инженеров обеих компаний. Объединение позволило по-новому взглянуть на старые испытанные физические принципы, используемые в аналитическом приборостроении.

Хорошо известный эффект эмиссии света атомами давно используется для элементного анализа состава образца. За время своего развития он претерпел значительные усовершенствования. От визуального наблюдения перешли к фотографической фиксации, а позже и к прямому преобразованию света в электрический сигнал посредством фотоэлектроумножителей (ФЭУ) и ПЗС-матриц. Источники возбуждения атомов также претерпели существенную эволюцию: от пламени к искре и дуге. Плазма в качестве источника возбуждения стала значительным шагом в развитии эмиссион-

ного метода. Это позволило намного снизить пределы обнаружения и кардинально уменьшить матричные влияния. Другим важным преимуществом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой является быстрота анализа и «многоэлементность», т. е. возможность определения сразу нескольких десятков элементов в процессе анализа одной пробы. Однако повсеместное использование данного метода в лабораториях сдерживают высокая стоимость прибора и значительные эксплуатационные расходы из-за большого количества аргона, которое необходимо для его работы. К традиционным альтернативным методам элементного анализа можно отнести пламенную атомно-абсорбционную спектроскопию (ПААС). Ее достоинствами являются небольшая стоимость прибора, простота анализа и низкие эксплуатационные расходы. Однако относительно высокие значения пределов обнаружения ( $10^{-1}$ – $10^{-6}$ ), его «одноэлементность», т. е. возможность определения только одного элемента за анализ, а также необходимость использования небезопасных горючих газов существенно ограничивают возможности аналитического метода.

Перед инженерами Agilent Technologies стояла непростая задача — создать прибор, объединяющий достоинства обоих методов и избавленный от их недостатков. Таким решением стало создание **атомно-эмиссионного спектрометра, работающего на воздухе** (см. рисунок).

Источником плазмообразующего газа для работы прибора служит атмосферный азот, который получают при помощи генератора азота. В спектрометре генератором радиочастотного поля (2,46 ГГц) служит такой же магнетрон, который применяется в микроволновых печах. Для сравнения: в традиционных ИСП-спектрометрах для обеспечения горения плазмы используются радиоволны порядка десятков мегагерц (27 и 40 МГц). Высокоэнергетичные радиоволны в диапазоне ГГц позволяют успешно разрушать прочные связи молекул азота и ионизировать атомарный азот, обеспечивая стабильное горение плазмы. Температура плазмы составляет примерно 6 000 °С, что существенно ниже, чем в традиционных ИСП-спектрометрах, в которых температура аргоновой плазмы может достигать 10 000 °С.

Таким образом, благодаря используемому эмиссионному принципу и микроволновому возбуждению плазмы с помощью спектрометра МП-4100 можно проводить последовательный многоэлементный анализ 72-х элементов, в том числе серы и фосфора с высокой чувствительностью, недоступной для ПААС. Аргон в спектрометре МП-4100 используется только для поджига плазмы. При этом однократно расходует всего 75 мл газа, после чего прибор переходит на работу с азотом. Следует отметить, что степень чистоты аргона не имеет особого значения для обеспечения поджига

плазмы. Важным преимуществом спектрометра является также отсутствие водяного охлаждения. Для обеспечения работы прибора нет необходимости покупки дорогостоящих инертных и горючих газов, приобретения источников излучения (ламп с полым катодом и дейтериевых ламп). Это значительно уменьшает эксплуатационные расходы и увеличивает надежность метода.

Аналитические характеристики метода значительно превышают таковые для ПААС и для некоторых элементов приближаются к ИСП-АЭС. Данные, приведенные в таблице, демонстрируют снижение значений пределов обнаружения, достигаемые при помощи спектрометра МП-4100, по сравнению с традиционной ПААС в 1,3–15 раз.

Линейный динамический диапазон метода охватывает 4 порядка без использования дополнительных операций по обработке сигнала. Это дает возможность определения как макро-, так и микрокомпонентов в одних условиях без разбавления и необходимости проведения дополнительных калибровок.

Отличительной особенностью данного прибора является простота работы на нем. Это обусловлено его конструкцией, с минимумом движущихся или требующих обслуживания деталей. Удобству работы способствует также простое, интуитивно-понятное программное обеспечение, созданное в удобном формате рабочего журнала и работающее под Windows 7. При работе с прибором можно пользоваться не только стандартными установками или выбирать предлагаемые программой решения, но и создавать собственные условия. Для каждого вида проб создана типовая методика с оптимизированными условиями, загружаемая од-

Сравнение пределов обнаружения элементов ( $10^{-9}$ ) методами ПААС и МП-АЭС

Элемент	Ca	Mg	Na	Au	Pt	Pd	Ag	Rh	As	Cr	Mn	Pb	Sb	Se
ПААС	0,4	0,3	0,3	5	76	15	1,7	4	60	5	1,0	14	37	500
МП-АЭС	0,05	0,12	0,12	1,8	4,5	3,8	0,5	0,5	45	0,5	0,25	4,4	12	70
Отношение	8	2,5	2,5	2,8	16,9	3,9	3,4	2,8	1,3	10,0	4,0	3,2	3,1	7,1



**Рис. 1.** Атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновым возбуждением плазмы МП-4100

ним щелчком мыши. Соединение с Интернетом позволяет обмениваться созданными методиками и использовать их для самых сложных по составу проб.

Немаловажной является и безопасность работы на приборе. Для генерации электромагнитного поля используется испытанная десятилетиями конструкция магнетрона, которая исключает утечку энергии. Закрытая неразъемная горелка не допускает облучения УФ-светом оператора, легко заменяется и не требует обслуживания. Отсутствие горючих и находящихся под высоким давлением газов, а также воздушное охлаждение позволяет прибору работать автономно, в том числе и ночью, в отсутствие оператора. При возникновении каких-либо сбоев происходит автоматическое отключение работы генератора плазмы, факел гаснет, поток азота перекрывается и прибор выключается.

Метрологические характеристики метода не уступают таким хорошо зарекомендовавшим себя методам, как ПААС и ИСП-ОЭС. Даже при анализе самых сложных по составу образцов на МП-4100 можно ожидать получения воспроизводимых и достоверных результатов. Следует отметить высокую стабильность сигналов детектора, получаемую для разных элементов на протяжении длительного времени. Так, при определении степени износа двигате-

ля по концентрациям металлов в моторном масле на протяжении 8-и часов относительное стандартное отклонение значений сигнала не превышает 4 %.

Определение металлов в таких сложных объектах, как минеральные масла зачастую осложняется высоким уровнем фона из-за высокого содержания углеродсодержащей матрицы и осаждением нагара. Для устранения таких помех применяется внешний газовый модуль АГМ-1. Он позволяет вводить в плазму воздух, кислород которого дожигает углерод матрицы. Этот приём позволяет кардинально уменьшить фон и устранить возможный нагар при анализе таких сложных образцов. Кроме того, АГМ-1 применяется и для продувки монокроматора азотом для работы в диапазоне вакуумного ультрафиолета при определении серы и фосфора.

Немаловажный вклад в устойчивость горения плазмы вносит конструкция распылителя. В качестве стандартного распылителя компания Agilent предлагает универсальный распылитель OneNeb, который обеспечивает образование капель аэрозоля диаметром 10 мкм. Инертные материалы, из которых изготовлен распылитель, позволяют использовать его для анализа самых разных растворов: от органических растворителей до HF и царской водки. Конструкция OneNeb позволяет анализировать образцы с содержанием растворенных веществ до 25 % и частицами размером до 75 мкм.

Прибор может быть оснащен дополнительно гидридной приставкой для определения гидридообразующих элементов. Кроме того, Agilent Technologies предлагает универсальное технически изящное решение для быстрого анализа гидридообразующих элементов и ртути в непрерывном режиме распыления при помощи так называемой *многорежимной* системы подачи пробы – MSIS (Multimodal Sample Introduction System). Это уникальная распылительная камера, в которой гидрид генерируется в тонком слое и подается в горелку. MSIS может работать в нескольких режимах: подача

пробы обычным распылением, генерация гидрида и совмещенная подача. Это позволяет понизить пределы обнаружения мышьяка, селена и ртути до единиц и долей  $10^{-9}$  и в то же время определять все остальные элементы.

К достоинствам нового эмиссионного спектрофотометра Agilent МП-4100 относятся:

- 1) широкий круг определяемых элементов — кроме металлов, также фосфор и сера;
- 2) быстрота анализа — более чем в 2 раза быстрее ПААС;
- 3) низкие пределы обнаружения — от 1,5 до 15 раз ниже ПААС;
- 4) низкие операционные расходы — не требуется источников излучения и дорогостоящих или горючих газов;
- 5) широкий динамический диапазон — от единиц  $10^{-9}$  до единиц процентов в одном измерении без разбавления и дополнительных калибровок;
- 6) адаптируемость прибора к решению различных задач — применение приставок и дополнительных модулей позволяет просто решать сложные аналитические задачи.

Таким образом, атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновым возбуждением плазмы Agilent МП-4100 может быть полезным для лабораторий, которым необходим недорогой, простой и быстрый элементный анализ самых разных объектов.

*А.М. Єсауленко, Р.М. Колтак*

АТОМНО-ЕМІСІЙНИЙ СПЕКТРОМЕТР  
З МІКРОХВИЛЬОВИМ ЗБУДЖЕННЯМ  
ПЛАЗМИ AGILENT МП-4100

Компанія Agilent Technologies представляє новий прилад елементного аналізу — атомно-емісійний спектрометр з мікрохвильовим збудженням плазми МП-4100. Генератор з частотою випромінювання 2,46 ГГц дає можливість проводити нагрівання плазми в атмосфері азоту, отриманого з повітря. Відмова від аргону як плазмоутворюючого газу кардинально зменшує витрати на утримання приладу. Межа виявлення концентрації елементів — порядку  $10^{-9}$ . Прилад перевершує за швидкістю роботи полум'яні атомно-абсорбційні спектрометри і не споживає горючих газів.

*Ключові слова:* Agilent Technologies, атомно-емісійна спектроскопія.

*A.M. Yesaulenko, R.M. Kolpak*

MICROWAVE EXCITED PLASMA  
ATOMIC-EMISSION SPECTROMETER  
AGILENT MP-4100

Agilent Technologies presents the new device for element analysis — microwave excited plasma atomic emission spectrometer MP-4100. 2.46 GHz microwave generator allows heating plasma in atmosphere of nitrogen, obtained from air. Refusal of argon as the plasma gas drastically reduces operating charges. Elements' concentration detection limit is of the order of  $10^{-9}$ . The device exceeds flame atomic absorption spectrometer speed and does not consume fuel gases. Ability to work in vacuum ultraviolet range allows high-sensitivity determination of sulfur and phosphorus.

*Key words:* Agilent Technologies, atomic emission spectrometry.

Стаття надійшла до редакції 24.12.12