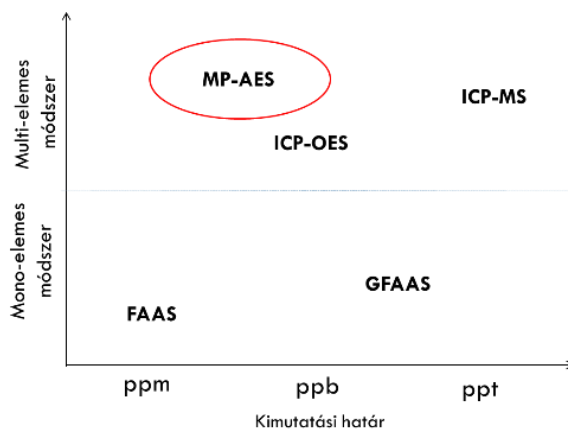


Mikrohullámú plazma atomemissziós spektrometria

Az atomspektroszkópia ma rendkívül változatos és hatékony eszközöket kínál a kémiai elemanalízis számára [1,2,3]. Az alkalmazott módszereket két csoportba oszthatjuk. Az egyik a monoelemes technikák csoportja, ide tartozik a lángatomabszorpciós spektroszkópia (FAAS) és a grafitkemencés atomabszorpciós spektroszkópia (GFAAS). Ezeknél a technikáknál egyszerre egy elem meghatározása lehetséges. A másik a multielemes technikák csoportja. Az emissziós sugárforrásokat alkalmazó elemanalitikai módszerek közül az induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria (ICP-OES) a legszélesebb körben használt műszeres technika [4]. Az elektronika és a számítógépek fejlődése természetesen az atomspektroszkópiára is hatással volt. Az egyik fejlődési irányzat a nagyfrekvenciás (RF) tekercs kiváltása magnetronnal. A mikrohullámú energiaközléssel előállított plazmákat hosszú ideje alkalmazzák atomspektroszkópiái sugárforrásként [5,6,7,8]. A MIP-AES-sel előállított plazmák atomemissziós alkalmazási lehetőségeivel számos hazai és külföldi tanulmány foglalkozott [9,10,11,12,13,14], amely módszer az induktív csatolású plazma (ICP-AES) technikákhoz képest kisebb elektromos teljesítményen és gázáramon működik. A MIP-AES elérhető analitikai teljesítőképessége a sugárforrás mátrixérzékenységének köszönhetően elmarad az induktívan csatolt plazmáétól, így a módszer korlátozott alkalmazási lehetőségei miatt nem terjedt el a spektrometriás technikák piacán [15,16,17,18,19]. Az alkalmazása utáni érdeklődés mai napig megmaradt [9,10,20,21,22,23,24,25].

A mikrohullámú plazma sugárforrások fejlesztésében áttörést egyetlen gyártó cég ért el 2011-ben, amikor megjelent a kereskedelmi forgalomban kapható első, olyan mikrohullámú rendszerű spektrométer, amely kiküszöbölte a módszer kis plazmatérfogatból és csekély termikus kapacitásból származó hátrányait. A *1. ábra* az új módszer helyét szemlélteti az atomspektrometriában alkalmazott műszeres technikák között.



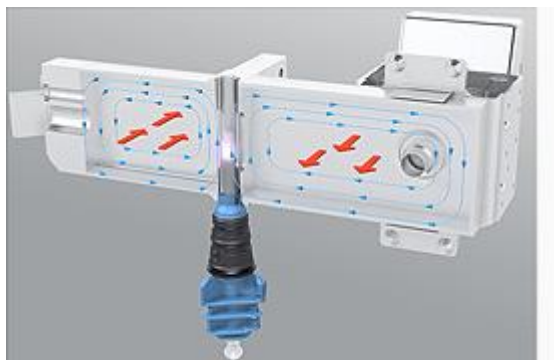
1. ábra A mikrohullámú plazma atomemissziós spektrometria (MP-AES) elhelyezkedése az atomspektrometriában alkalmazott műszeres technikák között

A mikrohullámú plazma atomemissziós spektrometria (MP-AES) tehát egy új elemanalitikai technika, amely a lángfotometriás módszerekkel szemben számos előnnyel rendelkezik (2. ábra).



2. ábra A mikrohullámú plazma atomemissziós spektrométer (MP-AES, 4100 Agilent Technologies)

A magnetron 2,5 GHz frekvencián generál elektromágneses hullámokat, a keletkező mágneses mező axiális térben fókuszálódik a plazmaégó köré (3. ábra).



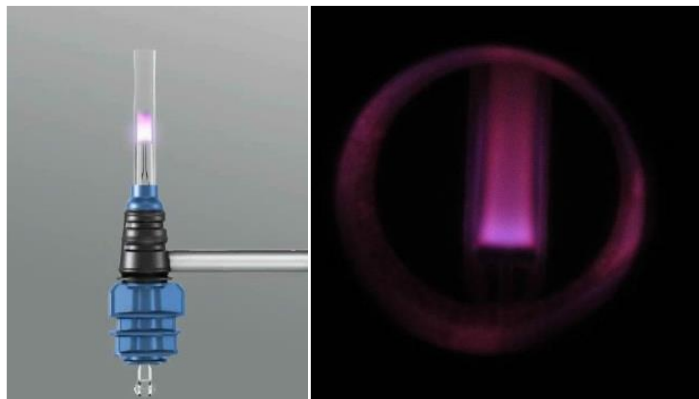
3. ábra A magnetron és a torch elhelyezkedése

A plazmagázként funkcionáló nagy tisztaságú nitrogént egy generátor a laboratórium levegőjéből állítja elő, amely szelepeken keresztül közvetlenül a plazmaégőbe jut (4. ábra).



4. ábra Nitrogén generátor

A készülékben használt plazmaégő kvarcból készült, mérete kisebb és vékonyabb, mint az ICP-OES készülékekben megszokott. A három koncentrikus cső közül a középső a minta-aeroszol szállítására, a közbülső a segédgáz, a külső pedig a plazmagáz vezetésére szolgál. A párhuzamosan futó kvarccsövek egy hőálló műanyag testben kaptak helyet, a segéd- és plazmagáz bevezetése a műanyag testben lévő furatokon keresztül történik. A gázok megfelelő sebességű áramlását számítógép vezérelt szolenoid szelepek biztosítják. A plazmát léghűtéses magnetron segítségével hozzuk létre. A magnetron generált mágneses tér axiális irányban rendeződik a plazmaégő köré. A torroid alakú plazma elektromos szikra hatására keletkezik, amely megfigyelését egy kvarc ablak és egy tükör teszi lehetővé (5. ábra). A plazma közepén plazmacsatorna alakul ki, ami a minta aeroszol bejutásához nélkülözhetetlen. A kialakuló torroid alakú plazma hőmérséklete alacsonyabb a hagyományos inductívan csatolt plazmákhoz képest (5000-6000K). Az MP-AES 4100-as készülékben a plazma radiális irányú, a megfigyelés azonban axiálisan történik.



5. *ábra* A torch és a mikrohullámú plazma

A mintabevitel az ICP-OES módszerrel analóg módon oldatporlasztással történik. A porlasztó gáz tömegáram kontrollált, ezzel növelve a rövid és hosszú távú mintaporlasztás stabilitását, elsősorban a magas oldott anyag tartalmú mintáknál.



6. *ábra* Porlasztó

Magas sótartalmú mintákra specializált univerzális porlasztó (OneNeb) alkalmazható, amely a porlasztótest teljes hosszán állandó belső átmérővel rendelkezik. A mintaoldatok mérése automata mintaadagoló robot segítségével történhet (Agilent Technologies SPS 3) (7. *ábra*).



7. ábra Az MP-AES készülékhez használt OneNeb porlasztó és SPS3 automata mintaadagoló

Fontos megjegyezni, hogy a mikrohullámú plazma a hagyományos induktívan csatolt plazmákhoz képest viszonylag szűk tartományban biztosít stabilitást, így a mérési paraméterek egy része a felhasználó által nem változtatható, hanem gyárilag beállított érték.

A jelenleg kereskedelmi forgalomban elérhető MP-AES készülék szekvenciális üzemmódban működik, azaz az elemek meghatározása sorban, hullámhossz szerint növekvő sorrendben történik. A nagyszámú hullámhossz adatbázis lehetővé teszi a megfelelő hullámhossz kiválasztását, ezzel minimalizálva a spektrális zavaróhatásokat. A műszer szimultán háttérkorrekciót használ, és illesztett spektrummal számol. Kimutatási határa ugyan egy nagyságrenddel elmarad az ICP-OES módszerhez képest, viszont egyes elemekre nézve érzékenyebb (alkáli fémek). Széles körben alkalmazzák, többek között a bányáiparban, élelmiszeranalitikában, környezeti minták elemzésében (víz, talaj, üledék).

- [1] **B. Welz**, M. Sperling: Atomic Absorption Spectrometry, Wiley-VCH, Weinheim, (1999)
- [2] **B. Welz**, H. Becker-Ross, S. Florek, U. Heitmann: High-Resolution Continuum Source AAS, Wiley-VCH, Weinheim, (2005)
- [3] **G. Kirchoff**, R. Bunsen: Pogg. Ann. d. Physik, Vol. 113, pp. 337 (1861)
- [4] **G. S. Hall**, X. Zhu, E. G. Martin: Determination of Pb-bound ligands in human amniotic fluid by HPSEC-ICP-MS. Anal. Commun., Vol. 36, pp. 93-95 (2001)
- [5] **H. P. Broida**, M. W. Chapman: Stable Nitrogen Isotope Analysis by Optical Spectroscopy, Anal. Chem., Vol. 30, pp 2049-2055 (1958)
- [6] **J. D. Cobine**, D. A. Wilbur: J. Appl. Phys., Vol. 22, pp. 835 (1951)
- [7] **N. S. Ham**, A. Walsh: Microwave-powered Raman sources, Spectrochim. Acta, Vol. 12, pp 88-93 (1958)
- [8] **W. Schmidt**: Elektron. Rundschau, Vol. 13, pp. 404 (1959)
- [9] **J. A. C. Broekaert**, U. Engel: Microwave-induced plasma systems in atomic spectroscopy. In: R.A. Meyers, Editors, Encyclopedia of Analytical Chemistry, Wiley, Chichester, Vol. 2000, pp. 9613-9667 (2000)
- [10] **J. A. C. Broekaert**, V. Siemens: Recent trends in atomic spectrometry with microwave-induced plasmas, Spectrochim. Acta B, Vol. 59, pp. 1823-1839 (2004)
- [11] **S. Greenfield**, H. McD. McGeahin, P. B. Smith: Talanta Review – Plasma emission sources in analytical spectroscopy. 2., Talanta, Vol. 22, pp. 553-562 (1975)
- [12] **J. P. Matousek**, B. J. Orr, M. Selby: Microwave-Induced Plasmas: Implementation and Application; in: Progr. analyt. atom. Spectrosc., Vol. 7, pp. 275-314 (1984)
- [13] **P. C. Uden**: Element-Specific Chromatographic Detection by Atomic Emission Spectroscopy, American Chemical Society, Washington, (1992)
- [14] **A. T. Zander**, G. M. Hieftje: Microwave-supported discharges, Appl. Spectrosc., Vol. 35, pp 357-371 (1981)
- [15] **J. P. Matousek**, B. J. Orr, M. Selby: Microwave-Induced Plasmas: Implementation and Application; in: Progr. analyt. atom. Spectrosc., Vol. 7, pp. 275-314 (1984)
- [16] **N. S. Ham**, A. Walsh: Microwave-powered Raman sources, Spectrochim. Acta, Vol. 12, pp. 88-93 (1958)
- [17] **H. P. Broida**, M. W. Chapman: Stable Nitrogen Isotope Analysis by Optical Spectroscopy, Anal. Chem., Vol. 30, pp. 2049-2055 (1958)

- [18] **J. A. C. Broekaert**, V. Siemens: Recent trends in atomic spectrometry with microwave-induced plasmas, *Spectrochim. Acta B*, Vol. 59, pp. 1823-1839 (2004)
- [19] **J. A. C. Broekaert**, U. Engel: Microwave-induced plasma systems in atomic spectroscopy. In: R.A. Meyers, Editors, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, Wiley, Chichester, Vol. 2000, pp. 9613-9667 (2000)
- [20] **D. Beauchemin**, J. C. Y. le Blanc, G. R. Peters, A. T. Persaud: Plasma emission-spectrometry, *Anal. Chem.*, Vol. 66, pp. 462-499 (1994)
- [21] **J. A. C. Broekaert**: Atomic Spectroscopy: in: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol. B 5, pp. 559-652 (1994)
- [22] **J. A. C. Broekaert**: Plasma optical emission and mass spectrometry, in: *Determination of Trace Elements*, ed. Alfassi, Z.B., Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo, Chap. 6. (1994)
- [23] **J. A. C. Broekaert**, N. Bings, C. Prokisch, M. Seelig: A close-up of three microwave plasma sources in view of improved element-specific detection in liquid chromatography, *Spectrochim. Acta*, Vol. 53 B, pp. 331-338 (1998)
- [24] **Y. Chenglong**, Z. Zhixia, T. Yi, Y. Pengyuan, W. Xiaoru: Thermospray nebulizer as sample introduction technique for microwave plasma torch atomic emission spectrometry, *Spectrochim. Acta*, Vol. 53 B, pp. 1427-1435 (1998)
- [25] **U. Engel**, A. M. Bilgic, O. Haase, E. Voges, J. A. C. Broekaert: Microwaveinduced plasma based on Micro-strip technology and its use for the atomic emission spectrometric determination of mercury with the aid of the cold wapor technique, *Anal. Chem.*, Vol. 72, pp. 193-197 (2000)
- [26] http://www.novolab.hu/new/index.php?option=com_content&view=article&id=70:4100-mp-aes&catid=31:hirek&Itemid=80