

### Źródło wzbudzenia plazmy jarzeniowej

Przedmiotem wynalazku jest źródło wzbudzenia plazmy jarzeniowej generowanej za pomocą mikrofal lub energii wysokiej częstotliwości, przeznaczone do wzbudzania widm emisyjnych i/lub wytwarzania jonów próbki analitycznej w optycznej spektrometrii emisyjnej i spektrometrii mas.

Znane są źródła wzbudzenia typu jarzeniowego, w których na skutek działania plazmy powstającej pod wpływem zmiennego pola elektrycznego następuje wzbudzenie materiału próbki analitycznej dostarczonej do komory roboczej. Do obserwacji i analizy plazmy służy okno optyczne usytuowane w ściankach komory.

W wyniku działania źródła wzbudzenia, do odpowiedniego analizatora, na przykład spektrometru optycznego lub spektrometru mas, trafiają informacje wystarczające do określenia składu chemicznego próbki. W przypadku spektrometru absorpcji atomowej będzie to światło wzorca, którego absorpcja na atomach próbki jest miarą ich stężenia. W przypadku spektrometru emisyjnego będzie to charakterystyczne liniowe widmo emitowane przez wzbudzoną próbkę, w którym intensywności linii są miarą stężeń pierwiastków w jej składzie. W przypadku spektrometru mas będą to bezpośrednio jony atomów i molekuł próbki powstające w plazmie, których analiza mas pozwala określić skład chemiczny próbki.

Podstawowym sposobem dostarczenia próbki analitycznej do obszaru wzbudzenia jest bezpośrednie trawienie stałego materiału próbki za pomocą plazmy, zwykle w warunkach próżni dynamicznej i przy obniżonym ciśnieniu gazu roboczego. Sposób ten jest realizowany najczęściej w źródłach wzbudzenia typu GD (ang. GD - Glow Discharge) o strukturze rezonatora współosiowego, w których przewód wewnętrzny rezonatora

stanowi cylindryczna tuleja umieszczona wewnątrz cylindrycznego korpusu. Do cylindrycznej tulei jest przyłączona linia transmisyjna doprowadzająca energię mikrofalową o bardzo wysokiej częstotliwości lub energię wysokiej częstotliwości. Wolny koniec cylindrycznej tulei wyznacza obszar w którym jest generowane wyładowanie jarzeniowe i następuje wzbudzenie plazmy.

Wyładowania jarzeniowe zachodzące w warunkach próżni dynamicznej, a także zaliczane do nich wyładowania zachodzące przy nieco wyższych ciśnieniach, rzędu 100 mbar, zwanych czasem „miękką próżnią”, mogą być stosowane do wzbudzania próbek analitycznych dostarczanych do plazmy w postaci gazowej lub w postaci próbek ciekłych w formie aerozoli. Wymaga to rozwiązań konstrukcyjnych zapewniających takie warunki fizyczne, w których badana próbka wraz z gazem roboczym zostanie skutecznie, to jest w dostatecznej ilości i właściwej postaci, wprowadzona do plazmy, gdzie ulegnie aktom wzbudzenia i/lub jonizacji. Znane źródła wzbudzenia typu GD mają tę wadę, że nie umożliwiają właściwego wprowadzenia próbki w postaci gazowej lub aerozolu cieczy do obszaru wzbudzenia plazmy.

Źródło wzbudzenia plazmy jarzeniowej, posiadające cylindryczny korpus, wewnątrz którego jest umieszczona cylindryczna tuleja połączona linią transmisyjną ze źródłem energii mikrofalowej lub energii wysokiej częstotliwości, stanowiąca przewód wewnętrzny rezonatora współosiowego, gdzie wolny koniec tego przewodu wyznacza obszar wzbudzenia plazmy w części korpusu tworzącej komorę roboczą, wyposażone w okno optyczne skierowane do obszaru wzbudzenia plazmy oraz wlot i wylot gazu roboczego doprowadzanego do komory roboczej, według wynalazku charakteryzuje się tym, że komora robocza jest oddzielona od cylindrycznej tulei przez osadzoną w korpusie osłonę z materiału dielektrycznego, zwłaszcza kwarcu, która to osłona ma kształt rurki umieszczonej koncentrycznie wewnątrz cylindrycznej tulei i wywiniętej na zewnątrz wokół jej wolnego końca.

Korzystnym jest jeżeli osłona ma końce przymocowane do korpusu za pośrednictwem uszczelnienia, przy czym koniec osłony w kształcie rurki, jest osadzony w podstawie a wywinięta część osłony jest przymocowana do ściany bocznej korpusu.

Korzystnym jest także, jeżeli osłona tworzy kanał doprowadzający gaz roboczy do komory roboczej lub odprowadzający gaz roboczy z komory roboczej.

W korzystnym wykonaniu urządzenia koniec osłony w kształcie rurki jest połączony z wlotem gazu roboczego, zwłaszcza w postaci zewnętrznego portu kapilarnego.

W innym wykonaniu komora robocza jest zaopatrzona w czołowy port kapilarny umieszczony w ścianie czołowej korpusu zamykającej komorę roboczą.

Korzystne jest także wykonanie urządzenia, w którym komora robocza jest zaopatrzoną w drugą osłonę oddzielającą drugą tuleję cylindryczną zamocowaną po przeciwnej stronie korpusu, przy czym druga tuleja cylindryczną stanowi przewód wewnętrzny dodatkowego rezonatora współosiowego, a ponadto wewnątrz drugiej osłony jest osadzony osiowy port kapilarny.

W rozwiązaniu według wynalazku wolny koniec cylindrycznej tulei, w którym następuje pobudzenie wysokiej wartości pola elektrycznego, a także pozostała część tulei, są oddzielone od gazu roboczego i otoczone dielektrykiem. Dzięki temu do obszaru wzbudzenia plazmy, gdzie wartość pola elektrycznego osiąga maksimum i generowane jest wyładowanie jarzeniowe, może być doprowadzona dowolna próbka analityczna bez kontaktu z przewodem wewnętrznym rezonatora współosiowego. Wywinięty kształt rurki ułatwia dostęp do obszaru wzbudzenia plazmy. Ponadto osłona w kształcie wywiniętej rurki pozwala na oddzielenie całego obszaru komory roboczej z gazem roboczym od pozostałego obszaru znajdującego się pod ciśnieniem atmosferycznym powietrza. Zastosowanie osłony wykonanej z dielektryka ułatwia podtrzymanie wyładowania jarzeniowego w wybranym gazie roboczym i utworzenie w strefie wyładowania stabilnego środowiska, do którego może być zasysana próbka analityczna i w którym można prowadzić reakcje chemiczne oraz wzbudzać próbkę w celu emisji promieniowania i/lub jonizacji.

Przedmiot wynalazku jest uwidoczniony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD z próbką analityczną z materiału stałego w przekroju osiowym, fig. 2 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD z zewnętrznym portem kapilarnym w przekroju osiowym, fig. 3 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD z portem kapilarnym umieszczonym w komorze roboczej w przekroju osiowym, a fig. 4 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD z komorą roboczą usytuowaną pomiędzy dwoma rezonatorami współosiowymi w przekroju osiowym.

Jak przedstawiono na fig. 1, źródło wzbudzenia plazmy jarzeniowej posiada cylindryczny korpus KW, wewnątrz którego jest umieszczona cylindryczna tuleja WP połączona linią transmisyjną ze źródłem energii mikrofalowej lub energii wysokiej częstotliwości. Cylindryczna tuleja WP stanowi przewód wewnętrzny rezonatora współosiowego, gdzie wolny koniec tego przewodu wyznacza obszar wzbudzenia plazmy w części korpusu KW tworzącej komorę roboczą WC. Korpus KW ma okno optyczne OW skierowane do obszaru wzbudzenia plazmy i króćce doprowadzające gaz roboczy.

Komorę roboczą WC jest oddzielona od cylindrycznej tulei WP przez osadzoną w korpusie KW osłonę ZR z materiału dielektrycznego, zwłaszcza kwarcu. Osłona ZR ma kształt rurki umieszczonej koncentrycznie wewnątrz cylindrycznej tulei WP i wywiniętej na zewnątrz wokół jej wolnego końca w obszarze komory roboczej WC. Wywinięta część osłony ZR jest zakończona kolnierzem przymocowanym do ściany bocznej korpusu KW. Koniec osłony ZR w kształcie rurki jest osadzony w podstawie korpusu KW, do której od zewnątrz jest przymocowane okno optyczne OW. Końce osłony ZR są przymocowane do korpusu KW za pośrednictwem uszczelnienia, w postaci uszczelek pierścieniowych S1. Komora robocza WC jest wyposażona na obwodzie w króćciec wylotowy KR2 gazu roboczego doprowadzanego przez króćciec wlotowy KR1 i kanał utworzony przez osłonę ZR. Cylindryczna tuleja WP połączona jest prętą PE z pierwszym złączem ZL1. Pręt PE jest osadzony w ścianie bocznej korpusu KW za pośrednictwem izolatora ceramicznego D. Przez pierwsze złącze ZL1 i pręt PE energia mikrofalowa (b.w.cz.) lub energia wysokiej częstotliwości (w.cz.) jest doprowadzana do cylindrycznej tulei WP. Po przeciwnej stronie osi korpusu KW względem pręta PE, w ścianie bocznej korpusu KW jest osadzony nastawny stroik A do regulacji parametrów pracy rezonatora współosiowego. W komorze roboczej WC jest umieszczony pierścień PD służący do doprowadzenia zewnętrznego potencjału elektrycznego, który umożliwia wprowadzenie dodatkowej polaryzacji o innej niższej częstotliwości. Pierścień PD jest połączony elektrycznie z innym złączem ZLP odizolowanym innym izolatorem ceramicznym D1 od korpusu KW. Komora WC jest zamknięta przez płytkę AS stanowiącą próbkę analityczną z materiału stałego. Szczelina między płytką AS a korpusem KW jest uszczelniona przez uszczelkę czołową S2. Po przeciwnej stronie osłony ZR, od strony jej końca w kształcie

rukki, znajduje się okno optyczne OW, przez które można prowadzić obserwację i analizę spektralną.

Fig. 2 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD, przystosowane do analizy próbek analitycznej wprowadzanej do komory roboczej w postaci gazowej, na przykład w postaci lotnych wodorków lub lotnych związków metaloorganicznych, lub w postaci próbek ciekłych w formie aerozoli. Następuje to podczas przepływu gazu roboczego przez komorę roboczą WC przy obniżonym ciśnieniu. Próbka analityczna jest wprowadzana do komory roboczej WC przez zewnętrzny port kapilarny P1 w kształcie lejka i kanał utworzony przez osłonę ZR. Wzbudzenie plazmy następuje na końcu tego kanału, w obszarze wolnego końca cylindrycznej tulei WP osłoniętego wywiniętą częścią osłony ZR. W ścianie czołowej korpusu KW zamykającej komorę roboczą WC jest usytuowane okno optyczne OW. W tym wykonaniu źródła, konstrukcja rezonatora i osłony ZR jest analogiczna jak w wykonaniu przedstawionym na fig. 1.

Fig. 3 przedstawia źródło wzbudzenia typu GD, w którym gazowa lub ciekła próbka analityczna doprowadzana jest do komory roboczej WC przez czołowy port kapilarny P2 wykonany w środku ścianki czołowej korpusu KW, a króciec wylotowy KR2 jest umieszczony od strony końca osłony ZR w kształcie rurki. Konstrukcja rezonatora i osłony ZR jest analogiczna jak w wykonaniu przedstawionym na fig. 1. W tym wykonaniu źródła uzyskuje się bardziej skondensowane przestrzennie wyładowanie jarzeniowe. Ponadto usytuowanie czołowego portu kapilarnego P2 w ścianie czołowej korpusu KW umożliwia zastosowanie dwóch okien optycznych OW z których jedno jest usytuowane poosiowo a drugie radialnie względem komory roboczej WC.

Fig. 4 przedstawia inne wykonanie źródła wzbudzenia typu GD, w którym komora robocza WC znajduje się pomiędzy osłoną ZR i przeciwległą drugą osłoną ZR2 oddzielającą od komory roboczej WC drugą tuleję cylindryczną WP2 zamocowaną współosiowo po przeciwnej stronie korpusu KW. Druga tuleja cylindryczną WP2 stanowi przewód wewnętrzny dodatkowego rezonatora współosiowego, który jest zasilany przez niezależną linię transmisyjną. Konstrukcja obu rezonatorów i ich osłon ZR, ZR2 jest analogiczna jak w wykonaniu przedstawionym na fig. 1, przy czym energia mikrofalowa

(b.w.cz.) lub energia wysokiej częstotliwości (w.cz.) jest doprowadzana do drugiej cylindrycznej tulei WP2 przez drugie złącze ZL2. W tym wykonaniu źródła, próbka analityczna gazowa lub ciekła w postaci aerozolu z gazem roboczym wprowadzana jest przez osiowy port kapilarny P3 osadzony szczelnie wewnątrz drugiej osłony ZR2, przy czym zbieżna końcówka tego portu jest zakończona wewnątrz drugiej osłony ZR2 poniżej krawędzi wolnego końca drugiej tulei cylindrycznej WP2. W takim wykonaniu źródła wzbudzenia typu GD, plazma wzbudzona w komorze roboczej WC ma kształt toroidu.

W rozwiązaniu według wynalazku komora robocza WC wraz z przepływającym gazem roboczym jest całkowicie oddzielona osłoną ZR od cylindrycznej tulei WP i pozostałego obszaru korpusu KW, w którym znajduje się pręt PE i złącze ZL1. Dzięki temu obszar komory roboczej WC wraz z obszarem utworzonym przez kanał w osłonie ZR, dochodzący do usytuowanego poosiowo okna optycznego OW, może znajdować się pod obniżonym ciśnieniem, podczas gdy pozostały obszar pozostaje pod ciśnieniem atmosferycznym powietrza. W miejsce okna optycznego OW może być zainstalowany port wejściowy spektrometru mas.

Źródło według wynalazku może pracować przy obniżonym ciśnieniu lub pod ciśnieniem atmosferycznym. Pod ciśnieniem atmosferycznym może pracować z otwartą komorą roboczą WC. Komora robocza WC może być zamykana płaską próbką AS z materiału stałego, oknem optycznym OW, a także portem dowolnego analizatora, portem pompy próżniowej lub służą podającą próbkę. W ten sam sposób może być wykonany dostęp do strefy wzbudzenia plazmy od strony końca osłony ZR w kształcie rurki.

RZECZNIK PATENTOWY

  
mgr inż. Jerzy Woźnicki