

Винахід відноситься до спектрального аналізу та може бути використаний в різних галузях науки і техніки при аналізі речовин на вміст мікродомішок.

Відомі спосіб та пристрій для атомно-емісійного аналізу (патент НДР №143178, 1980р.). Спосіб містить термічну атомізацію проби, збудження атомів електричним розрядом в порожнистому катоді та реєстрацію аналітичного сигналу. Пристрій для його здійснення містить камеру з електродами, один з яких виконаний з можливістю нагрівання, джерело струму для нагрівання електроду, джерело живлення електричного розряду та систему реєстрації аналітичного сигналу. Проте відомі спосіб та пристрій мають досить низьку межу виявлення аналізуємих елементів, головним чином через високу інтенсивність суцільного фону, що випромінюється електричним розрядом.

Найбільш близьким до заявляемого способу є спосіб емісійного спектрального аналізу (патент України №2919, G01 №21/67, 1994р.), що містить термічну атомізацію проби, збудження атомів за допомогою електронів, емітуємих катодом-атомізатором при прискорюючій напрузі нижче порогу запалювання самостійного розряду, та фотоелектричну реєстрацію аналітичного сигналу.

Найбільш близьким технічним рішенням до заявляемого пристрою є пристрій для емісійного спектрального аналізу (патент України №25039, G01 №21/67, 1998р.), що містить камеру з електродами, з яких принаймні один виконаний з можливістю нагрівання, а зазор між електродами вибраний із умови проходження між ними електричного струму при нагріванні електроду, джерело нагрівання електроду, джерело прискорюючої напруги та систему реєстрації аналітичного сигналу.

Відомі спосіб та пристрій для емісійного спектрального аналізу дають можливість зменшити інтенсивність суцільного фону, викликаного взаємодією електронів з позитивними іонами, та за рахунок цього знизити межу виявлення аналізуємих елементів. Проте відомі спосіб та пристрій мають і недоліки. Вони не забезпечують отримання потенційно можливої межі виявлення елементів та мають недостатнє відтворення аналізу. Це викликано недостатньою швидкістю нагрівання катода-атомізатора та недостатньою стабільністю його температури. Недостатньо висока швидкість нагрівання катода-атомізатора позначається на максимальній концентрації атомів цього елементу в зоні збудження. Це пояснюється тим, що концентрація атомів в зоні збудження в кожний момент часу є результатом двох протилежно спрямованих процесів: випаровування атомів з катода-атомізатора і надходження їх в зону збудження та видалення атомів із зони збудження, наприклад, шляхом дифузії. Очевидно, що при інших рівних умовах концентрація атомів в зоні збудження буде тим вище, чим вище швидкість надходження їх в зону збудження або чим вище швидкість нагрівання катода-атомізатора. Для легколетких елементів відносно висока межа виявлення має і інші причини. Вони полягають в тому, що час від вмикання нагрівання катода-атомізатора до отримання максимальної концентрації пари аналізуемого елементу в зоні збудження не збігається з часом досягнення достатньої концентрації вільних електронів, емітуємих катодом-атомізатором і необхідних для збудження аналізуємих елементів. Наприклад, температура кипіння ртуті та кадмій складає 356 та 770°C відповідно. А температура катода-атомізатора, при якій емісія електронів достатня для збудження аналізуємих атомів, складає 1600-2000°C. При швидкості нагрівання катода-атомізатора, наприклад, 20000°C/сек, максимальна концентрація цих елементів в зоні збудження досягається приблизно через 18-40мсек, а час, при якому відбувається ефективне збудження атомів, настає тільки через 80-100мсек, тобто тоді, коли концентрація аналізуемого елементу через обмежений розмір проби значно менша ніж у максимумі. Звичайно, це тягне за собою підвищення межі виявлення елементів у порівнянні з потенційно можливим. Недостатнє відтворення аналізу викликається нестабільністю заданої температури атомізації, яка в відомих способі та пристрої задається напругою джерела нагрівання. Під час роботи маса катода-атомізатора зменшується через випаровування та окислення матеріалу катода-атомізатора. При зміні режиму роботи або зовнішніх умов, наприклад, тисну газу в камері або температури, змінюються тепловіддача або початкова температура катода-атомізатора, що тягне за собою не контролюєму зміну температури атомізації. Температура атомізації, окрім прямого призначення, впливає на емісійну здатність катода-атомізатора. Відомо, наприклад, що зміна температури вольфрама на 100°C викликає зміну емісійного струму приблизно в 2 рази. Тому навіть невелика зміна температури атомізації тягне за собою зміну кількості вільних електронів, емітуємих катодом-атомізатором, і тим самим впливає на процес збудження і, отже, на величину аналітичного сигналу.

В основу винаходу поставлено задачу створити такий спосіб атомно-емісійного аналізу, в якому нове виконання процесів атомізації і збудження дозволило б максимально збільшити швидкість нагрівання катода-атомізатора та стабілізувати температуру атомізації на заданому рівні і за рахунок цього знизити межу виявлення елементів та поліпшити відтворення аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі атомно-емісійного аналізу, що містить термічну атомізацію проби, збудження атомів за допомогою електронів, емітуємих катодом-атомізатором при прискорюючій напрузі нижче порога запалювання самостійного розряду, та фотоелектричну реєстрацію аналітичного сигналу, згідно винаходу атомізацію та збудження проби проводять шляхом подання на катод-атомізатор напруги, що перевищує поріг руйнування катода-атомізатора, а температуру атомізації стабілізують шляхом обмеження струму нагрівання за допомогою негативного зворотного зв'язку по потоку випромінювання катода-атомізатора. Завдяки подаванню відносно високої напруги на катод-атомізатор його нагрівання відбувається з високою швидкістю, пропорційною подаваній напрузі. Неминуче руйнування катода-атомізатора при цьому не відбувається завдяки обмеженню струму нагрівання при досягненні катодом-атомізатором заданої температури за допомогою негативного зворотного зв'язку по потоку випромінювання катода-атомізатора, величина якого залежить від його температури. Завдяки високій швидкості нагрівання катода-атомізатора підвищується максимальна концентрація аналізуємих елементів в зоні збудження, а також зменшується розрив між часом досягнення максимальної концентрації аналізуємих атомів та часом досягнення оптимальної концентрації вільних електронів в зоні збудження під час аналізу легколетких елементів, внаслідок чого знижується межа виявлення елементів. Зміна параметрів катода-атомізатора, наприклад, маси, початкової температури, тепловіддачі тощо, практично не впливає на задану температуру атомізації, яка визначається величиною потоку випромінювання. Це значно підвищує стабільність заданої

температури та, отже, відтворення аналізу.

В основу винаходу поставлено задачу створити такий пристрій для атомно-емісійного аналізу, в якому нове виконання джерела нагрівання електрода дозволило б збільшити швидкість нагрівання електрода та стабілізувати його температуру на заданому рівні і за рахунок цього знизити межу виявлення елементів, а також поліпшити відтворення аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що в пристрій для атомно-емісійного аналізу, що містить камеру з електродами, з яких принаймні один виконаний з можливістю нагрівання, а зазор між електродами вибраний із умови проходження між ними електричного струму при нагріванні електрода, джерело нагрівання електрода, джерело прискорюючої напруги та систему реєстрації аналітичного сигналу, згідно винаходу введений принаймні один фотоприймач, оптично зв'язаний з нагріваним електродом, підсилювач фотоструму, зв'язаний негативним зворотним зв'язком з керованим стабілізатором струму, включеним між джерелом нагрівання електрода та нагріваним електродом. Введення фотоприймача, підсилювача фотоструму та стабілізатора струму, охоплених негативним зворотним зв'язком по потоку випромінювання нагріваного електрода, дає можливість стабілізувати температуру нагріваного електрода на заданому рівні та, крім цього, збільшити швидкість нагрівання електрода шляхом збільшення напруги джерела нагрівання. Дещо підвищити швидкість нагрівання електрода шляхом підвищення напруги джерела нагрівання можливо і в відомому пристрої. Наприклад, шляхом одночасного разом з підвищенням напруги джерела нагрівання зменшення ємності зарядного конденсатора для запобігання руйнування електрода. Але в цьому випадку скорочується час нагрівання електрода і багато елементів, особливо важколетких, не встигають повністю випаровуватися з його поверхні, що в кінцевому підсумку не дає виграшу в межі виявлення цих елементів. В пропонуємому пристрої час нагрівання нічим не обмежений і визначається при використанні конденсатора тільки його ємністю.

На кресленні зображена блок-схема пристрою для атомно-емісійного аналізу.

Пристрій містить камеру і з вікном для виводу випромінювання на спектральний прилад 2, що зв'язаний з реєстратором 3. Всередині камери розміщені катод-атомізатор 4 і анод 5. Камера виконана з можливістю її продувки гелієм при задаваному тиску та, крім цього, має люк для подачі проби на катод-атомізатор. Нагрівання катода-атомізатора здійснюється від джерела нагрівання 6, яке через керований стабілізатор струму 7 зв'язаний з катодом-атомізатором. З катодом-атомізатором оптично зв'язаний фотоприймач 8, що підключений до підсилювача фотоструму 9, вихід якого зв'язаний з керованим стабілізатором струму негативним зворотним зв'язком. Прискорююча напруга між анодом і катодом-атомізатором подається від джерела прискорюючої напруги 10, в якості якого може бути використане джерело постійної, змінної або пульсуючої напруги.

Пристрій працює таким чином. Через люк подають аналізуєму пробу на катод-атомізатор 4, виконаний в вигляді спіралі з вольфрамового дроту. Здійснюють сушку та, при необхідності, обзолення проби. Встановлюють заданий тиск гелію в камері та подають визначену прискорюючу напругу на катод-аналізатор і анод. Напругу обирають нижче порога запалювання самостійного розряду. Встановлюють напругу джерела нагрівання 6 вище номінальної робочої напруги катода-атомізатора. Вмикають нагрівання катода-атомізатора. Завдяки відносно високій напрузі катод-атомізатор з високою швидкістю нагрівається і при цьому випромінює світло. Частина потоку випромінювання надходить на фотоприймач 8, де перетворюється в електричний струм, який надходить на підсилювач фотоструму 9. Вихідна напруга підсилювача подається на керований стабілізатор струму 7. Завдяки негативному зворотному зв'язку підсилювача фотоструму з стабілізатором струму при досягненні заданої температури катода-атомізатора і зв'язаного з температурою потоку випромінювання стабілізатор струму обмежує струм, який надходить на катод-атомізатор, і підтримує його на рівні, що забезпечує стабілізацію визначеного потоку випромінювання та зв'язаної з ним температури катода-атомізатора. Аналізуєма проба при цьому атомізується, концентрація атомної пари в зоні збудження наближається до максимально можливої, а катод-атомізатор випромінює вільні електрони, які під дією прискорюючої напруги набирають енергію, достатню для збудження атомів. Світлове випромінювання атомів надходить на спектральний прилад 2, де характеристичні лінії аналізуємих елементів виділяються та перетворюються в електричний струм, який фіксується реєстратором 3.

