

## 5.7 Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem

### Texty k obrázkům

#### Obr. 1

Schéma optického emisního spektrometru s indukčně vázaným plazmatem

#### Obr. 2

Indukčně vázaný plazmový výboj

#### Obr. 3

Plazmové hlavice pro generování ICP: A- argon/argonové plazma, B – argon/dusíkové plazma. Trubice: 1 – vnější (plazmová), 2 – prostřední, 3 – injektor. Konfigurační faktor plazmové hlavice =  $a/b$ , kde  $a$  je vnější průměr prostřední trubice,  $b$  je vnitřní průměr vnější (plazmové) trubice. Toky plynů: A: 5 – vnější plazmový (8-15 l/min Ar), 6 – střední plazmový (0-1 l/min Ar), nosný (0,5-1,0 l/min Ar); B: 5 – chladicí (15-20 l/min N<sub>2</sub>), 6 – plazmový (5-10 l/min Ar), 7 – nosný (1-3 l/min Ar); 4 – indukční cívka, 5 – chladicí voda.

#### Obr. 4

Vysokofrekvenční oscilátor ICP generátoru

#### Obr. 5

Zóny analytického kanálu ICP

#### Obr. 6

Prostorové rozdělení emise v ICP výboji, emisivita a intenzita vyzařování, radiální rozdělení emise

#### Obr. 7

Prostorové rozdělení emise v ICP výboji, laterální pozorování výboje, laterální a axiální rozdělení intenzity spektrální čáry a rekombinačního kontinua argonu

#### Obr. 8

Prostorové rozdělení emise v ICP výboji, axiální pozorování výboje

#### Obr. 9

Koncentrace ekvivalentní pozadí BEC a mez detekce  $c_L$ ;  $RSD_L$  – relativní směrodatná odchylka intenzity čáry  $I_L$ ,  $S$  – citlivost,  $c_A$  – koncentrace analytu,  $RSD_B$  – relativní směrodatná odchylka pozadí,  $B$  – intenzita pozadí ( $I_B$ )

#### Obr. 10

Axiální rozdělení intenzity emise některých atomových (I) a iontových (II) čar,  $\lambda$ (nm)

#### Obr. 11

Radiální rozdělení intenzity emise některých atomových a iontových čar

#### Obr. 12

Axiální rozdělení intenzity emise čáry Y II 371,030 nm v závislosti na průtoku nosného plynu  $F_c$ ; Tečkovaně je znázorněna spojnice maxim průběhů pro jednotlivé hodnoty průtoků  $F_c$ , čerchovaně průmět spojnice do roviny  $h-F_c$ ; příkon  $P = 1,2$  kW, vnější plazmový  $F_p = 18,3$  l/min Ar, střední plazmový  $F_a = 0,43$  l/min Ar.

#### Obr. 13

Axiální rozdělení intenzity emise pásu YO 597,2 nm v závislosti na průtoku nosného plynu  $F_c$ ; čerchovaně spojnice minim; příkon  $P = 1,2$  kW, vnější plazmový  $F_p = 18,3$  l/min Ar, střední plazmový  $F_a = 0,43$  l/min Ar.

**Obr. 14**

Axiální rozdělení intenzity emise pozadí čáry Y II 371,030 nm v závislosti na průtoku nosného plynu  $F_c$  (l/min Ar); 1 - 0,79; 2 - 0,92; 3 - 1,06; 4 - 1,19; 5 - 1,32; 6 - 1,45; 7 - 1,58; 8 - 1,72;

**Obr. 15**

Pozadí čar Gd II 335,862 nm a Gd II 336,2233 nm tvořené emisí pásu NH 336,0 nm a spojitým rekombinačním zářením argonu, naměřené při různých výškách pozorování  $h$ ; křivka č. -  $h$  (mm): 1 - 28; 2 - 24; 3 - 20; 4 - 16; 5 - 12; 6 - 8;  $P = 1,1$  kW, průtoky plynů (l/min Ar)  $F_c = 1,06$ ;  $F_a = 0,43$ ;  $F_p = 18,3$ ; 2 mg/l Gd v 1,4 mol/l  $\text{HNO}_3$

**Obr. 16**

Axiální rozdělení nespektrální interference (matrix efektu) X na čáře Nd II 430,358 nm v přítomnosti 0,1 mol/l  $\text{NaNO}_3$  v závislosti na průtoku nosného plynu  $F_c$ ; křivka č. -  $F_c$  (l/min): 1 - 0,79; 2 - 0,92; 3 - 1,06; 4 - 1,19; 5 - 1,32; 6 - 1,45; 7 - 1,58; 8 - 1,72; 9 - 1,85;  $P = 1,1$  kW, průtoky plynů (l/min Ar)  $F_c = 1,06$ ;  $F_a = 0,43$ ;  $F_p = 18,3$ ; 16 mg/l Nd v 1,4 mol/l  $\text{HNO}_3$

**Obr. 17**

Axiální rozdělení nespektrální interference (matrix efektu) X na čáře Nd II 430,358 nm v závislosti na koncentraci Na (100 - 10000 mg/l Na) pro různé výšky pozorování; křivka č. -  $h$  (mm): 1 - 8; 2 - 16; 3 - 20; 4 - 24;  $P = 1,1$  kW;  $F_c = 1,06$ ;  $F_a = 0,43$ ;  $F_p = 18,3$ ; 16 mg/l Nd v 1,4 mol/l  $\text{HNO}_3$ ; měřítko na obou osách je logaritmické

**Obr. 18**

Laterální rozdělení nespektrální interference (matrix efektu) X na čarách Y II 371,030 nm (1) a Y I 410,238 nm (2); Polohy maxim laterálních rozdělení emise čar Y II -  $a$ , Y I -  $b$  (rozdělení zde nejsou uvedena);  $P = 1,1$  kW;  $F_c = 1,06$ ;  $F_a = 0,43$ ;  $F_p = 18,3$ ; 0,1 mol/l  $\text{NaNO}_3$  v 1,4 mol/l  $\text{HNO}_3$

**Obr. 19**

Závislost nespektrální interference (matrix efektu) X na koncentraci kyseliny chlorovodíkové pro Nd II 430,358 nm; 16 mg/l Nd; podmínky: křivka č. 1:  $h = 16$  mm,  $F_c = 1,06$  l/min, křivka č. 2:  $h = 20$  mm,  $F_c = 1,45$  l/min;  $P = 1,1$  kW;  $F_a = 0,43$  a  $F_p = 18,3$  l/min Ar

**Obr. 20**

Koncentrický zmlžovač podle Meinharda

**Obr. 21**

Pravouhlý (úhlový nebo také křížový) zmlžovač podle Kniseleyho

**Obr. 22**

Žlábkový zmlžovač

**Obr. 23**

Síťkový zmlžovač dle Hildebranda

**Obr. 24**

Ultrazvukový zmlžovač

**Obr. 25**

Mlžná komora dle Scotta

**Obr. 26**

Rovinná mřížka na odraz;  $\alpha$  - úhel dopadu,  $\beta_1, \beta_2$  - úhly odrazu,  $n$  - počet vrypů na 1 mm,  $d$  - vzdálenost vrypů,  $k$  - řád spektra,  $o$  - normála mřížky,  $\lambda$  - vlnová délka

**Obr. 27**

Rayleighovo kritérium rozlišení 2 čar

**Obr. 28**

Mřížka s odleskovým efektem (blaze effect);  $o_1$  – normála vrypu,  $o_2$  – normála mřížky,  $\alpha$  – úhel dopadu,  $\beta$  – úhel odrazu,  $\theta$  – odleskový úhel,  $\lambda_B$  – vlnová délka odlesku,  $k$  – řád spektra,  $n$  – počet vrypů na mm

**Obr.29**

Monochromátor s rovinnou difrakční mřížkou a konkávními zrcadly, montáž Czerny-Turner; 1- zdroj ICP, 2-vstupní štěrbina, 3-konkávní zrcadla (kolimátorový a kamerový objektiv), 4- rovinná difrakční mřížka, 5-výstupní štěrbina, 6-fotonásobič,  $o$ -normála mřížky,  $\alpha$ -úhel dopadu,  $\beta$ -úhel odrazu,  $i$ -úhel mezi paprskem dopadajícím na zrcadlo a paprskem odraženým

**Obr. 30**

Polychromátor s konkávní mřížkou, montáž Paschen-Runge; 1-zdroj ICP, 2-vstupní štěrbina, 3-konkávní mřížka o poloměru křivosti  $R$  (šířka mřížky je z důvodu názornosti zvětšena), 4- Rowlandova kružnice – její průměr  $d$  je roven poloměru křivosti  $R$  mřížky, 5-výstupní štěrbina, 6-fotonásobič,  $\alpha$ -úhel dopadu,  $\beta$ -úhel odrazu,  $o$ -normála mřížky,  $\lambda_1, \lambda_2$  – vlnové délky difraktovaného záření

**Obr. 31**

Stupňovitá mřížka – mřížka echelle

**Obr. 32**

Echelle spektrometr se zkříženou optikou; 1-echelle mřížka, 2-duté zrcadlo, 3-hranol, 4- „dvojměrné“ spektrum,  $\lambda$  - vlnová délka,  $k$  - řád spektra.

**Obr. 33**

Schéma detektoru CCD.