

ИССЛЕДОВАНИЕ И ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ УСТАНОВКИ "НУР", СОЗДАННОЙ НА БАЗЕ ДВУХСТРУЙНОГО ПЛАЗМАТРОНА ДЛЯ АНАЛИЗА РАСТВОРОВ

К. Урманбетов, Ж. Ж. Жеенбаев, Г. Ж. Доржуева
Институт физики НАН Кыргызской Республики
720071, Бишкек, Чуйский проспект, 265 а

Изучено влияние силы тока, расхода рабочего газа и угла слияния струй плазмы на распределение интенсивности линий элементов. Показан оптимальный участок струи, где отношение интенсивности линий к фону максимально. Предложен оптимальный режим работы установки для анализа растворов.

В последние годы нашел применение способ эмиссионного спектрального анализа водных растворов с применением установки "Нур" [1-2]. Тем не менее вопросы влияния операционных параметров на величину аналитических сигналов различных определяемых элементов и объективная методика оптимизации параметров режима работы установки (угла слияния между струями плазмы - α ; расхода плазмообразующих газа на головках плазматрона - G ; силы тока - J в плазматроне; расхода раствора, подаваемого в струи плазмы; расхода распыляющего газа) как источника света для анализа растворов еще полностью не освещены в печати. В связи с этим практической целью данной работы является методика оптимизации условий одновременного определения различных элементов в жидких растворах.

Урманбетов Карыбай - кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией атомной спектроскопии Института физики Национальной Академии наук Кыргызской республики.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный анализ разнообразных объектов.

Автор 70 печатных работ, 4 авторских свидетельств.

Жеенбаев Жаныбек Жеенбаевич - президент Национальной Академии наук Кыргызской республики, доктор физико-математических наук, академик Национальной Академии наук Кыргызской республики, заслуженный деятель науки.

Область научных интересов: охватывает широкий спектр проблем физики низкотемпературной плазмы и оптики и их применение в различных областях науки и техники.

Автор более 250 печатных работ, 9 монографий, 33 авторских свидетельств.

Доржуева Гулбара Жусупбаевна - аспирантка лаборатории атомной спектроскопии Института физики Национальной Академии наук Кыргызской республики.

Автор 3 печатных работ.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Приборы и аппаратура. Исследования проводили на дифракционном спектрографе ДФС-13 с решеткой 600 шт/мм с использованием установки "Нур". Установка "Нур" состоит из генератора выпрямленного тока и пульта управления, внутри которого установлены двухструйный плазматрон ДГП-50. Анализируемая проба вводится между струями плазмы при помощи концентрического распылителя [3] в виде мелкодисперсной струи аэрозоля.

Спектры фотографировали на фотопла-

стинки ПФС-01 с чувствительностью 6 ед. ГОСТа через промежуточную диафрагму 9 мм при ширине щели 0.02 мм. В работе использовали участок потока плазмы протяженностью 15 мм, отстоящий на расстоянии 15 мм от среза сопла плазматрона. Указанный участок проектирова-

ли на щель спектрографа однолинзовой системой освещения ($f=150$ мм) в соотношении 1:1. Время экспозиции 50 сек. Условия проявления фотопластинки - стандартные. Почернения аналитических линий и фона рядом с линией измеряли на микроденситометре МД-100.

Реагенты и растворы. Использовали реагенты квалификации ч.д.а. Растворы исследуемых элементов с концентрацией 1 г/л готовили растворением реагентов в азотной кислоте квалификации ч.д.а.

Аналитические линии и концентрации элементов (мг/л) устанавливали предварительными экспериментами по данным работы [2].

Количество поступающей в плазму пробы и ее испарение зависит, в основном, от электрических и газодинамических характеристик плазматрона, конструктивных особенностей распылителя для подачи жидкостей, расхода распыляющего газа и раствора. Поэтому при решении каждой конкретной задачи приходится экспериментальным путем оптимизировать параметры плазматрона и устройства ввода жидкостей применительно к определенному анализу.

Подход к оптимизации многоэлементного анализа с использованием установки "Нур" заключается в поиске неких компромиссных условий для области струи плазмы и рабочих параметров установки (угла слияния струй плазмы, расхода плазмообразующего газа, силы тока, расхода распыляющего газа и расхода анализируемого раствора), влияющих на эффективность процессов атомизации и возбуждения элементов и, в конечном счете, на изменение интенсивности спектральных линий вдоль потока плазмы. При этом обычно выбирают оптимально - компромиссную рабочую зону в струе плазмы, в которой величина регистрируемых аналитических сигналов максимальна, как правило, лишь для части анализируемых элементов. С целью выбора рабочей силы тока и оптимальных рабочих параметров исследовали осевые профили излучения спектральных линий различных анализируемых элементов по высоте струи плазмы. Изучены профили излучения в зависимости от концентрации анализируемых элементов в водном растворе при варьировании значений параметров в плазматроне, расходов распыляющих газов и анализируемых растворов.

В качестве рабочего аналитического сигнала была принята интенсивность "чистой" аналитической линии анализируемого элемента $I = I_{л+ф} - I_{ф}$, где $I_{л+ф}$ - интенсивность линии вместе с фоном, $I_{ф}$ - интенсивность фона рядом с линией.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Влияние угла (α) слияния струй плазмы. С практической стороны при использовании двух-струйного плазматрона для количественного анализа веществ представляет большой интерес угол расположения плазменных головок, т.е. угол слияния токоведущих струй, призванный обеспечить высокую эффективность ввода и нагрева вещества.

Показано [4], что при встрече плазменных потоков, формируемых каждым электродным узлом, в зоне слияния струй в зависимости от угла слияния плазменных струй и расхода плазмообразующих газов, возникают возвратные потоки, которые или препятствуют проникновению вводимых веществ в горячую зону потока плазмы, или же образуют зону пониженного давления, способствующую возникновению эффекта инжекции, существенно облегчающего ввод вещества в высокотемпературную зону общего потока.

Изучение аксиального распределения интенсивности спектральных линий показывает (рис. 1), что с увеличением угла слияния струй плазмы при постоянных расходе газа и силе тока ($G = 4.6$ л/мин, $J = 95$ А) интенсивности спектральных ионных линий остаются примерно одинаковыми, но максимумы профилей интенсивностей смещаются в сторону хвостовой части струи плазмы. По-видимому, это связано с тем, что струи плазмы сливаются дальше от среза сопла. При превышении значения $\alpha=58^\circ$ максимумы интенсивностей ионных линий смещаются в хвостовую часть и сильно снижается интенсивность линий. Интенсивности атомных спектральных линий незначительно изменяются, максимумы не смещаются, оставаясь на одном и том же месте. При угле слияния струй $\alpha=60^\circ$ получение максимальных значений интенсивностей линий требует увеличения расхода газа свыше 6.5 л/мин. Однако таких же результатов можно достичь при более низких значениях угла и меньших расходах газа. А с уменьшением угла слияния струй плазмы соединяются все ближе к срезу сопла в более высокотемпературных зонах плазмы. Поэтому ожидалось, что дальнейшее уменьшение угла слияния струй может привести к постоянному росту интенсивности ионных линий элементов. Однако оказалось, что из-за появления обратных потоков, препятствующих проникновению частиц аэрозоля в наиболее горячую область плазмы, вследствие газодинамического столкновения струи, этот эффект не наблюдается [4]. Поэтому в дальнейшем исследовании проведено при угле слияния струй плазмы 58° .

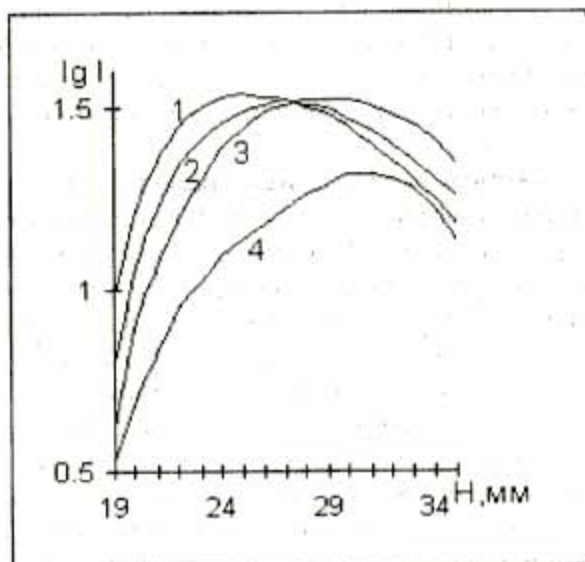


Рис.1. Распределение интенсивности I линий Cr II 284,32 нм вдоль потока плазмы в зависимости от угла слияния (а): 1 - 55° , 2 - $57,5^\circ$, 3 - $58,5^\circ$, 4 - 60° ; H - высота над срезом сопла

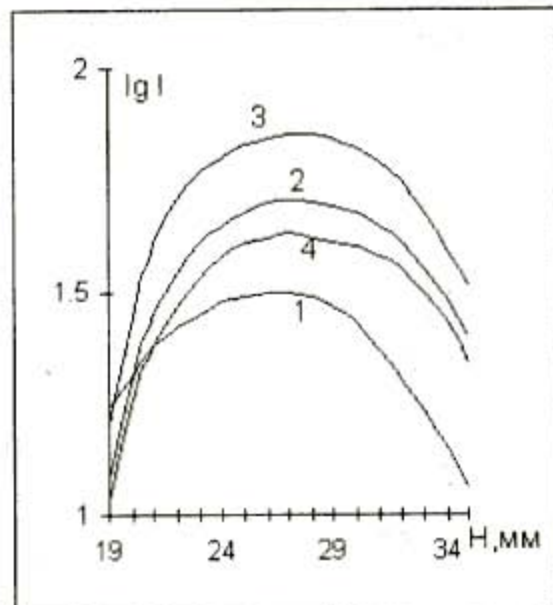


Рис.2. Распределение интенсивности линии Cr II 284,32 нм вдоль потока плазмы в зависимости от силы тока: 1 - 80 А, 2 - 90 А, 3 - 100 А, 4 - 110 А. H - высота над срезом сопла

Влияние силы тока в дуге плазматрона. Изменение силы тока существенно сказывается на величине аналитического сигнала - интенсивности спектральных линий определяемых элементов. Увеличение силы тока приводит к некоторому повышению температуры и, в известных пределах, сопровождается изменением интенсивности аналитических линий. Плотность тока, определяющая температуру плазмы, возрастает с повышением силы тока. Более сильно влияние тока на температуру проявляется при больших силах тока, которые обычно используются в двухструйном плазматроне. Установлено, что для большинства элементов регистрируемая интенсивность аналитических линий растет с увеличением силы тока в дуге плазматрона. Однако для ряда линий исследованных элементов, особенно атомных, наблюдается замедление, прекращение роста и даже ослабление интенсивности по достижении некоторой силы тока. Насыщение и ослабление интенсивности линий элементов с ростом силы тока может объясняться, в частности, резким возрастанием фона в соответствующей области спектра. Для атомных линий, в первую очередь легко- и среднеионизируемых элементов, это также обусловлено сильным ростом степени ионизации нейтральных атомов с увеличением силы тока. В качестве компромиссно-оптимальной для одновременного определения большинства элементов выбрана сила тока $J = 95 - 100$ А (рис.2).

Влияние расхода рабочего газа на головках плазматрона. При определенном угле слияния

плазменных струй и заданном токе ($\alpha = 58^\circ$, $J = 100$ А) мощность потока плазмы зависит от расхода рабочего газа на головках плазматрона. Поэтому для достижения целей спектрального анализа жидких проб необходимо знать влияние расхода рабочего газа на интенсивность спектральных линий анализируемых элементов.

При повышении расхода плазмообразующего газа до значений $G = 4,6$ л/мин, при постоянных угле слияния струй плазмы и силе тока, максимумы интенсивности спектральных линий элементов вдоль струи плазмы (рис.3) растут, приобретают более крутой характер и смещаются к месту слияния струй. Начиная с $G = 5,6$ л/мин наблюдается снижение максимумов интенсивности линий.

При малых расходах газа ($G < 3,5$ л/мин) и токе $J = 80$ А с введением аэрозоля плазма гаснет, т.к. при этих режимах поток плазмы образован двумя отдельными струями и между ними имеется холодная зона. С увеличением расхода газа струи плазмы начинают прижиматься друг к другу и эта зона становится более узкой и нагретой, что благоприятствует росту интенсивности спектральных линий.

При $G > 5 - 6$ л/мин, по-видимому, ухудшается введение частиц аэрозоля в наиболее горячие зоны плазмы по причине появления обратных потоков, обусловленных газодинамическими соударениями струй плазмы. Кроме того, при этом уменьшается время пребывания частиц аэрозоля в аналитическом участке из-за увеличения

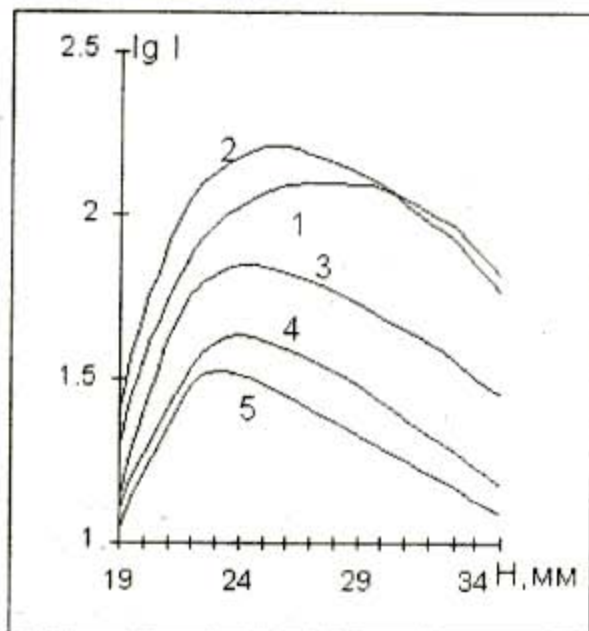


Рис. 3. Распределение интенсивности линии Cr II 284,32 нм вдоль потока плазмы в зависимости от расхода газа: 1 - 4,1 л/мин, 2 - 4,6 л/мин, 3 - 5 л/мин, 4 - 5,4 л/мин, 5 - 6 л/мин; Н - высота над срезом сопла

скорости истечения струй плазмы. Следствием этого является снижение максимумов интенсивностей как ионных, так и атомных спект-

ральных линий элементов. На основании данных исследований в качестве компромиссного для одновременного определения большинства элементов был выбран расход плазмообразующего газа $G = 4,6$ л/мин.

Влияние расхода распыляющего газа и расхода растворов. При спектральном анализе растворов с использованием вдувания аэрозоля в струи плазмы очень важной характеристикой является дисперсность получаемого аэрозоля. В источник света должен поступать только очень мелкодисперсный аэрозоль в виде тумана. Для получения аэрозоля и его вдувания в источник света используются угловые и концентрические распылители. Наиболее удобными в данном случае являются пневматические концентрические распылители. Концентрический распылитель [3] дает мелкодисперсный аэрозоль с диаметром частиц 5 мкм.

Исследования влияния расходов распыляющего газа и анализируемой жидкой пробы показали (рис. 4), что максимальная интенсивность всех спектральных линий определяемых элементов достигается при расходе распыляющего газа 1,5 л/мин и раствора 4,3 мл/мин.

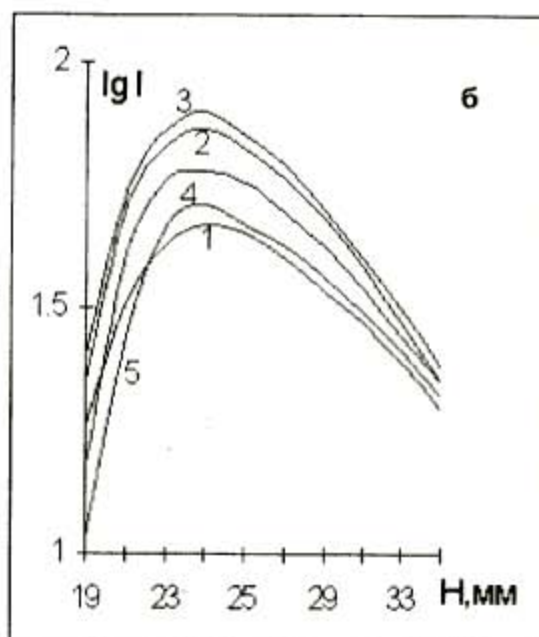
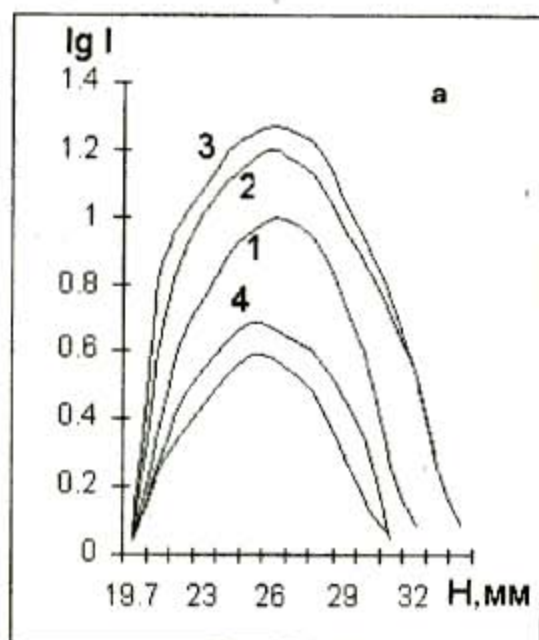


Рис. 4. Распределение интенсивности линии Cr II 284,32 нм вдоль потока плазмы в зависимости: а - от расхода транспортируемого газа: 1 - 2 л/мин, 2 - 1,4 л/мин, 3 - 1,5 л/мин, 4 - 1,6 л/мин, 5 - 1,7 л/мин; б - от расхода раствора: 1 - 5,7 л/мин, 2 - 5 л/мин, 3 - 4,3 л/мин, 4 - 3,4 л/мин, 5 - 2,6 л/мин; Н - высота над срезом сопла

Были выбраны оптимально-компромиссные условия многоэлементного анализа жидких проб: сила тока $J = 95 - 100$ А; расход рабочего газа на головках $G = 4,6$ л/мин; угол слияния струй плаз-

мы $\alpha = 58^\circ$; расход газа, распыляющего раствор, $G_{\text{рп}} = 1,5$ л/мин; расход раствора 4,3 мл/мин; регистрация излучения от зоны плазменного потока на расстоянии 25 мм от среза плазматрона.

При этих условиях был проведен количественный спектральный анализ на некоторые микроэлементы питьевых вод г. Бишкека. Спектры каждой пробы и образцов сравнения синтетических растворов фотографировали дважды. После каждой пробы пробоподающий шланг промывали дистиллированной водой в течение 15 - 20 сек.

Значения аналитических сигналов параллельных определений усредняли. По синтетическим стандартным растворам строили градуировочный график в координатах $\lg I_{\lambda} - \lg C$, по которому определяли содержание элементов. Результаты проведены в таблице.

№ пробы	Содержание микроэлементов, определенное в воде, мг/л			
	Mn	Mo	Co	Cr
N1	0,0062	0,0042	0,0074	0,0067
N2	0,0056	0,0053	0,0065	0,0034
N3	0,0059	0,0027	-	-
N4	-	-	-	0,0045
N5	0,0064	-	0,0088	0,0030
N6	0,0052	-	0,096	0,0036
ПДК	0,1	0,25	1	0,05

Из таблицы видно, что значения установленных концентраций всех изученных микроэлементов в различных точках пробоотбора разные, но, тем не менее, намного меньше, чем ПДК. От-

носительное стандартное отклонение составляет 0,05 - 0,16 в зависимости от определяемого элемента.

ЛИТЕРАТУРА

1. Использование двухструйного плазматрона для анализа водных растворов / Урманбетов К., Чылымов А., Жеенбаев Ж.Ж. и др. // 3-я Региональная конференция "Аналитика Сибири 90": Тезисы докладов. Иркутск, 1990. С.53-54.
2. Атомно - эмиссионный спектральный анализ природных вод на установке "Нур" / Урманбетов К., Жеенбаев Ж.Ж., Таштанов Р.А., Доржуева Г.Ж. // Известия НАН КР, 1998. № 4. С.23-27.
3. Распылитель для спектрального анализа / Урманбетов К., Жеенбаев Ж.Ж., Чылымов А. и др. А.С. №1744512, 1992.
4. Жеенбаев Ж.Ж., Чылымов А. Исследование потока плазмы двухструйного плазматрона/Препринт Института физики АН КР. Фрунзе: Илим, 1985. 36 с. .

* * * * *