

УДК 543.42 + 543.51

## САМОДЕЛЬНАЯ УПРОЩЕННАЯ РАЗБОРНАЯ ГОРЕЛКА ДЛЯ АРГОНОВОЙ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМЫ

*В.Т.Суриков, Н.И.Москаленко\**

*Институт химии твердого тела УрО РАН  
620041, Екатеринбург, ГСП-145, Первомайская, 91  
surikov@ihim.uran.ru*

*\*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН  
620019, Екатеринбург, ГСП-146, Академическая, 20  
N.Moskalenko@ihite.uran.ru*

Поступила в редакцию 18 июня 2007 г.

Кратко рассмотрены главные особенности горелок с тангенциальным и продольно-ламинарным типами внутренних газовых потоков. Предложена конструкция самодельной упрощенной разборной плазменной горелки для аргоновой высокочастотной индуктивно связанной плазмы.

**Ключевые слова:** индуктивно связанная плазма, низкочастотные шумы, горелка, инжектор.

**Суриков Владимир Трофимович** – старший научный сотрудник Института химии твердого тела УрО РАН

**Область научных интересов:** масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.

**Автор 190 научных публикаций, 1 монографии и 4 изобретений.**

**Москаленко Николай Иванович** – кандидат химических наук, старший научный сотрудник Института высокотемпературной электрохимии УрО РАН.

**Область научных интересов:** атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, атомно-абсорбционная спектрометрия.

**Автор 102 научных публикаций и 5 изобретений.**

Горелка для аргоновой высокочастотной индуктивно связанной плазмы (ICP) в потребительском смысле является источником света и ионов в атомно-эмиссионной спектрометрии (ICP-AES) или масс-спектрометрии (ICP-MS), соответственно. Фактически горелка является только частью системы «высокочастотный генератор – индуктор – горелка – источник аргона – источник анализируемого вещества», обеспечивающей появление, устойчивое функционирование и размещение в спектрометре разряда ICP, а также его питание аэрозолем исследуемых объектов. Стандартная горелка фирменного производства состоит из трех соединенных вместе отрезков концентрических диэлектрических термостойких трубок разной длины и диаметров, предназначенных для пропускания аргона через два межтрубных зазора и анализируемого аэрозоля через центральную трубку (инжектор). При этом наибольшая часть используемого аргона (для охлаждения выходных деталей горелки и плазмообразования) поступает в главный межтрубный зазор (между стенками наружной и соседней внутрен-



ней трубок, обычно кварцевых) по тангенциальной (спиральной) траектории, что обеспечивает вращательную (вихревую) стабилизацию плазменного разряда. К сожалению, это принудительное вращение газа (наряду с другими причинами) может вызывать низкочастотные акустические шумы, способные ухудшить метрологические показатели анализа [1]. Более того, подвергнута сомнению эффективность стабилизации плазмы вращательным движением газа из-за возникновения турбулентности потока, растущей при наличии дефектов формы трубок. При этом тангенциальный поток может отбрасывать из плазмы некоторую долю анализируемого вещества в химически активной форме на расположенную рядом горячую внутреннюю поверхность внешней трубки, вызывая тем самым ее расстекловывание и потерю соответствующей части аналитов [2, 3]. Фирменные горелки иногда дополняют съемным устройством газового обдува внутренней поверхности инжектора, присоединяемым к последнему со входной стороны снаружи горелки [4, 5], что увеличивает ее длину. Устройство предназначено для защиты названной поверхности от аэрозольных отложений, особенно в нагреваемой выходной области. Это происходит благодаря образованию вокруг проходящей через инжектор струи аэрозоля газовой оболочки («рубашки»), изолирующей внутренние стенки инжектора от контактирования и взаимодействия с веществом аэрозоля.

С целью устранения упомянутых шумов и сокращения потерь аналитов во время измерений

в качестве альтернативы были предложены и испытаны несколько разновидностей горелки с продольно-ламинарным движением газа в главном межтрубном зазоре [2, 3, 6-12]. В этом случае ламинарным является поток, для которого расчетное значение числа Рейнольдса  $Re$  для кольцевого зазора не превышает 2000-2300 [3, 6, 9, 10]. Упрощенно этот критерий можно выразить в виде  $Re = F \cdot \nu / a$ , где  $F$  - фактор, учитывающий радиусы трубок (образующих зазор), а также плотность и вязкость аргона,  $\nu$  - объемная скорость газа,  $a$  - площадь кольцевого межтрубного зазора. Реализацию этого варианта обеспечивали введением аргона в зазор по осевому (вместо касательного) направлению [2], а также размещением во входной [3, 6] (разборная горелка) или выходной [9, 10] (горелка Фассела) частях главного зазора относительно короткого цилиндрического тонкостенного вкладыша, снабженного многочисленными, равномерно распределенными по наружной поверхности узкими продольными каналами прямоугольной или круглой формы. В качестве материала для таких цилиндрических вкладышей рекомендован теплостойкий полимер (например, политетрафторэтилен, DELRIN) и нитрид бора [10]. Кроме того, использовали набор множества коротких тонкостенных тефлоновых трубок, полностью заполняющих среднюю часть зазора и ориентированных параллельно друг другу и оси горелки [12]. Краткая характеристика использованных продольных каналов приведена в табл. 1.

Таблица 1

Краткая характеристика продольных каналов в главном кольцевом зазоре

Количество	Размер, мм	Длина, мм	Литература
21	Ø 2,0	-	3, 6, 11
25	0,47-0,9	18	9
30	Глубина 0,2	25	10
24	Ø 1,5	30	11
Набор трубок	Ø 3,0	30	11, 12

Как видно, конструктивные изменения обсуждаемых горелок по сравнению со стандартными привели к изменению только одного параметра в формуле вычисления числа Рейнольдса, а именно, размера площади главного кольцевого зазора  $a$ . Расчеты авторов [3, 6, 10] показали, что уменьшение  $a$ , вызванное заполнением данного зазора различными газонаправляющими вкладышами, не привело к нарушению вышеуказанного критерия ламинарности.

В соответствующих работах, выполненных в рамках метода ICP-AES, показано, что продольно-ламинарное введение газа в указанный зазор действительно снижает уровень шумов горелки по сравнению с тангенциальным случаем (например, на частотах 59-234 и 630 Гц [6]), способствуя тем самым улучшению пределов обнаружения и точности анализа, особенно для удлиненных горелок [3, 6-8]. Шум в диапазоне 0-7 Гц, вызываемый пневматическим распылением ана-



лизируемых жидкостей, оставался практически неизменным [6, 11]. Однако, несмотря на достигаемый положительный эффект, продольно-ламинарные горелки большого распространения до сих пор не получили, возможно из-за противоречивых данных об их достоинствах [9, 11].

Перечисленные сведения были учтены нами при разработке самодельной упрощенной разборной горелки для индуктивно связанной аргоновой плазмы, предпринятой нами в порядке эксперимента, а также для временной замены вышедшей из строя стандартной горелки. При этом исходили из следующих требований:

- простота, разборность, ремонтпригодность и регулируемость конструкции;
- минимальное количество, простота и дешевизна деталей;
- сохранение внешних размеров и массы горелки, близких к стандартным, обеспечивающее возможность ее установки в обычных индукторах, держателях и камерах;
- возможность получения и использования для плазмообразования и охлаждения горелки про-

дольно-ламинарного или тангенциального потока аргона;

- использование для изготовления простых технологий и доступных материалов;
- высокая пропускная способность и эффективная защита инжектора от аэрозольных осадков;
- обеспечение приемлемых работоспособности, срока службы и метрологических показателей.

Наиболее удачный из рассмотренных, изготовленных и опробованных нами вариантов горелок показан на рисунке в условном масштабе. Горелка состоит из наружной 1 и промежуточной 2 трубок, центрального инжектора 3, корпуса 4 с газоподводящими патрубками 5 и 6, центрирующих элементов 7, 8 и 9 разной формы с дополнительными функциями, герметизирующих колец 10 разного размера и местоположения, патрубка для введения аэрозоля 11. Приблизительные размеры деталей и использованные для их изготовления материалы приведены в табл. 2. Комментарии по изготовлению деталей, сборке, настройке и работе горелки приведены ниже.

Таблица 2

Размеры деталей горелки и использованные материалы

Наименование детали	Наружный диаметр, мм	Внутренний диаметр, мм	Длина, мм	Материал
Наружная трубка 1	20,0	17,0	80,0	Кварц
Промежуточная трубка 2	14,5	11,2	80,0	Кварц
Инжектор 3	4,0	2,0	53,0	Алунд
Корпус 4	28,5	25,0	60,0	Стекло
Газовые патрубки 5 и 6	5,0 - 5,5	3,0	15,0	Стекло
Аэрозольный патрубок 11	9,0 – на входе и 4,0 – на выходе	Переменный от 7,0 до 3,0, соответственно	50,0 - 55,0	Полиэтилен
Центрирующий элемент 7	17,0	4,0	5,0	Тефлон
Центрирующий элемент 9 с функцией защиты инжектора	11,0	4,0 – для присоединения инжектора и 2,0 – для связи с конической полостью	18,0	Тефлон
Центрирующие элементы 8, задающие направление газа	Ширина 4,0	Толщина 1,5	55,0	Тефлон
Герметизирующие кольца 10	Зависит от местоположения колец и типа резины			Резина

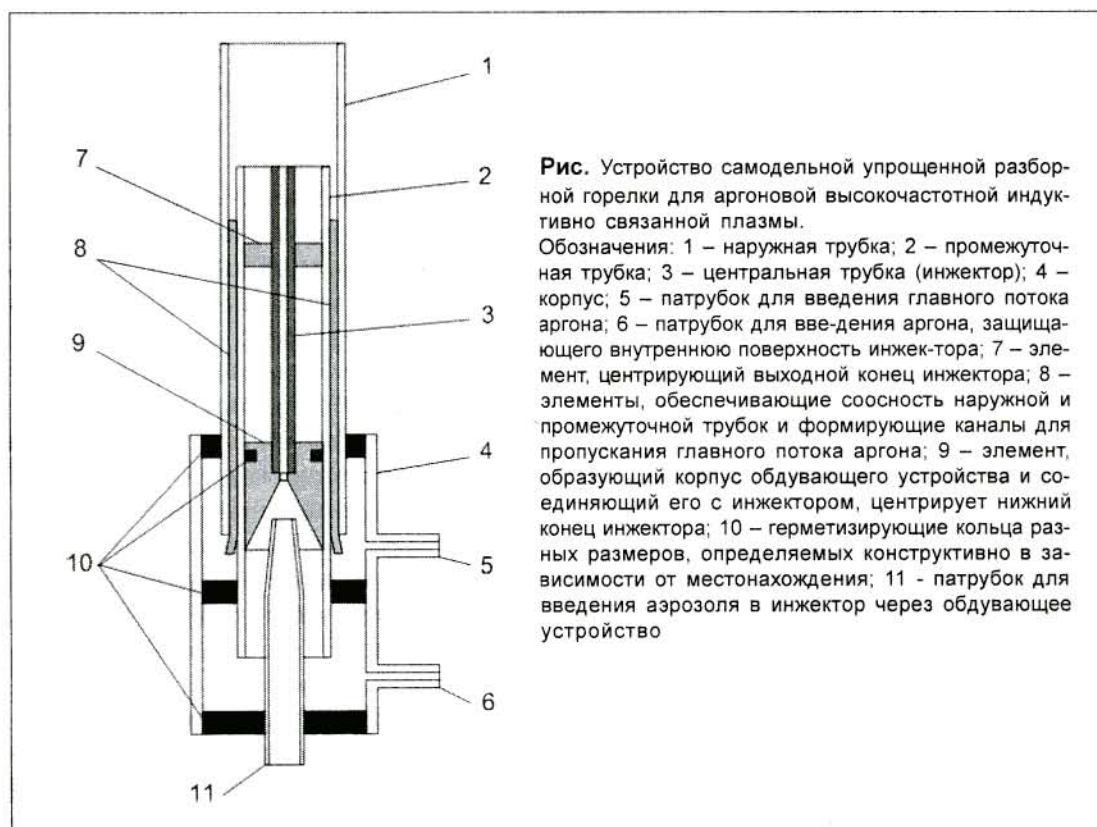
В качестве деталей 1 и 2 использованы соответствующие отрезки труб из прозрачного кварцевого стекла (см., например, ГОСТ 15177-70). Как видно, тюльпанообразное расширение выходной части трубки 2, присущее дизайну Фассела [1, 5], отсутствует. В качестве инжектора использован отрезок стандартной алундовой трубки с относительно большим внутренним ди-

аметром. Корпус 4 выполнен из отрезка стеклянной трубки с оплавленными торцами. Патрубки 5 и 6 припаяны к корпусу под прямым углом и направлены к оси горелки. Центрирующий элемент 7 может иметь форму диска или другой осесимметричной фигуры. Мы использовали, например, отрезок тефлоновой трубки, половина которой была вывернута наизнанку и разрезана



вдоль на четыре равные доли. Центрирующие элементы 8 могут быть выполнены, например, в виде подплюсненных тефлоновых трубок, превратившихся в узкие полоски, обладающие остаточной эластичностью. Симметричное размещение 3–4 таких полосок в промежутке между трубками 1 и 2 обеспечивает их достаточную соосность. Для исключения перегрева плазмой и разрушения выходные концы полосок должны находиться на 10 мм ниже выходного среза трубки 2. Кроме того, этим концам полосок 8 придавали заостренную форму для уменьшения их влияния на процесс объединения отдельных потоков аргона выходящих из межтрубного зазора в выходную полость горелки. Центрирующий элемент 9

снабжен герметизирующим кольцом 10, исключаяющим проникновение аргона в зазор между трубкой 2 и инжектором 3. Сверху элемент 9 имеет цилиндрическую полость для присоединения инжектора, снизу – коническую полость и проходное отверстие для прохождения аэрозоля и организации (с помощью патрубка 11) газового обдува внутренней поверхности инжектора. Резиновые кольца 10 для простоты изготовления имеют прямоугольное сечение. Их размеры выбирали конструктивно в соответствии с местонахождением. Для изготовления патрубка 11 можно использовать, например, отрезок полимерного наконечника объемом 1 мл от жидкостного микродозатора.



**Рис.** Устройство самодельной упрощенной разборной горелки для аргоновой высокочастотной индуктивно связанной плазмы.

Обозначения: 1 – наружная трубка; 2 – промежуточная трубка; 3 – центральная трубка (инжектор); 4 – корпус; 5 – патрубок для введения главного потока аргона; 6 – патрубок для введения аргона, защищающего внутреннюю поверхность инжектора; 7 – элемент, центрирующий выходной конец инжектора; 8 – элементы, обеспечивающие соосность наружной и промежуточной трубок и формирующие каналы для пропускания главного потока аргона; 9 – элемент, образующий корпус обдувающего устройства и соединяющий его с инжектором, центрирует нижний конец инжектора; 10 – герметизирующие кольца разных размеров, определяемых конструктивно в зависимости от местонахождения; 11 – патрубок для введения аэрозоля в инжектор через обдувающее устройство

Как видно из рисунка, количество газовых каналов горелки сокращено до двух: периферийного кольцевого (между трубками 1 и 2) и центрального цилиндрического (инжектор) 3. Такое решение было вызвано намерением разместить устройство обдува внутренних стенок инжектора [4, 5] не снаружи, а внутри горелки. В нашем случае роль данного устройства выполняет центрирующий тефлоновый элемент 9, снабженный снизу конической полостью и осевым каналом. Соосное размещение в этой полости верхнего конца патрубка 11 обеспечивает его наружное обтекание поступающим через патрубок 6 аргоном,

формирующее тем самым цилиндрический газовый поток, входящий в инжектор и омывающий его внутреннюю поверхность. Этот поток не только защищает внутренний канал инжектора от аэрозольных отложений, но и хорошо охлаждает инжектор от плазменного нагрева, особенно его выходной участок. Эффективность охлаждения обусловлена близостью потока к стенкам инжектора, а также его давлением на плазменный разряд, отодвигающим его, в некоторой степени, от инжектора. Кроме того, цилиндрический защитный газовый поток обеспечивает высокую эффективность фокусирования аэрозольной струи, вы-



ходящей из инжектора (несмотря на его увеличенный внутренний диаметр) в центральный канал плазменного разряда и, следовательно, минимизирует при этом потери аналитов. По нашему мнению, применение такого внутреннего обдува инжектора в достаточной степени компенсировало исключение его традиционного внешнего обдува через зазор между промежуточной и центральной трубками в рассматриваемой конструкции. Внутреннее размещение обдувателя позволило втрое (по сравнению со стандартными кварцевыми неразборными горелками) уменьшить длину инжектора и избавило от вынужденного удлинения горелки при наружном расположении этого устройства. Укорочение инжектора в сочетании с расширением его канала сократило время пребывания в нем аналитов, повысило его аэрозольную пропускаемость и эффективность защиты внутренней поверхности от аэрозольных отложений. Важной особенностью горелки является применение в качестве элементов, обеспечивающих соосность наружной и промежуточной трубок и определяющих направление главного потока аргона, всего 3-4 длинных и узких тефлоновых полосок 8, располагаемых в зазоре между трубками 1 и 2 симметрично и параллельно их оси для организации продольно-ламинарного движения газа, или по спирали – для вращательного. Положение полосок в зазоре регулировали специальными шаблонами. При продольном расположении полосок 8 в зазоре они занимали не более 24-32 % общего пространства, что существенно меньше, чем в рассмотренных выше прототипах. Следовательно, при прочих равных условиях, не появилось причин для увеличения числа Рейнольдса выше критического значения, поэтому в ламинарности движения аргона в главном кольцевом зазоре сомневаться не приходится.

В нашей практике мы отдали предпочтение горелке с тремя полосками 8, расположенными продольно. Испытания проводили в составе серийного атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивной плазмой производства Жобен Ивон (Франция), состоящего из полихроматора JY-48

и монохроматора HR-1000. Электропитание плазмы обеспечивал генератор фирмы Plasma Therm HFP-1500D (27,12 МГц и 0,8-1,2 кВт). Анализируемые растворы вводили в плазму с помощью пневматического углового распылителя типа Бабингтона. Расход аргона в горелке соответствовал стандартному: 15 л/мин поступало в главный кольцевой зазор (для охлаждения и плазмообразования) и 1 л/мин – в инжектор (из этого 0,7 л/мин шло на распыление растворов, а оставшиеся 0,3 л/мин – на внутренний обдув). Проверяемые метрологические характеристики с использованием нашей горелки были не хуже по сравнению с достигаемыми со стандартной горелкой Фассела. Горелка оказалась работоспособной и достаточно долговечной. Она нашла применение для анализа многочисленного круга разнообразных объектов, например, [13, 14]. Эффективность инжектора подтверждена сохранением чистоты его канала после длительного пропускания через него аэрозоля, получаемого пневматическим распылением растворов с высоким содержанием (до 20 г/л) натрия (получаемых, например, при вскрытии образцов методом щелочного сплавления).

Таким образом, разработана упрощенная недорогая разборная модель горелки для ICP, пригодная для эксплуатации и самодельного изготовления в лабораторных условиях. Ее упрощение и удешевление заключаются в снижении требований к качеству материалов и сборки изделия, использовании доступных материалов и технологий, простых деталей, сокращении числа газовых каналов. В частности, для изготовления промежуточной трубки 2, омываемой в главном кольцевом зазоре продольным потоком аргона, использовали т.н. «седое» (низкокачественное) кварцевое стекло с многочисленными продольно ориентированными поверхностными дефектами. Заметного влияния этих дефектов на работу горелки не замечали. Другие испытанные нами варианты такой горелки отличались типом корпуса, изготавливаемого из тефлона или резины с внутренними полостями разного сечения. Однако они существенно увеличивали массу горелки и не нашли применения.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Inductively coupled plasma mass spectrometry / Ed. A. Montaser. New York: Wiley-VCH. 1998. 992 p.
2. Wendt R.H. Induction-coupled plasma spectrometric excitation source / R.H. Wendt, V.A. Fassel // Anal. Chem. 1965. V. 37. P. 920-922.
3. Davies J. Low-noise laminar flow torch for inductively coupled plasma atomic-emission spectrometry / J. Davies, R.D. Snook // Analyst. 1985. V. 110. P. 887-888.
4. Lang Y. Improvements in the analytical flexibility of the JY demountable torch by a sheath gas / Y. Lang, J. Houseaux, E. Janssens // ICP Inform. Newslett. 1984. V. 9. No. 12. P. 787.
5. Чудинов Э.Г. Атомно-эмиссионный анализ с индукционной плазмой. Итоги науки и техн. Сер. Ана-



лит. Химия. М.: ВИНТИ. 1990. Т. 2. 253 с.

6. Davies J. Studies of a low-noise laminar flow torch for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Part 1. Fundamental characteristics / J. Davies, R.D. Snook // J. Anal. At. Spectrom. 1986. V. 1. P. 195-201.
7. Davies J. Studies of a low-noise laminar flow torch for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Part 2. Noise power studies and interference effects / J. Davies, R.D. Snook // J. Anal. At. Spectrom. 1987. V. 2. P. 27-31.
8. Davies J. Comparison of the characteristics of inductively coupled plasmas sustained in short and extended laminar flow torches / J. Davies, C.M. Du // J. Anal. At. Spectrom. 1988. V. 3. P. 433-439.
9. Sesi N.N. Evaluation of a linear-flow torch for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry / N.N. Sesi, P.J. Galley, G.M. Hieftje // J. Anal. At. Spectrom. 1993. V. 8. P. 65-70.
10. Pat. 5012065US. Inductively coupled plasma torch with laminar flow cooling / Rayson G.D., Shen Y. Filed 20.11.1989. Date of patent 30.04.1991.
11. Montaser A. Atomic emission spectrometric detection limits and noise power spectra of argon inductively coupled plasma discharges formed with laminar- and tangential-flow torches / A. Montaser, R.H. Clifford, S.A. Sinex, S.G. Capar // J. Anal. At. Spectrom. 1989. V. 4. P. 499-503.
12. Winge R.K. Spatiotemporal characteristics of the inductively coupled plasma / R.K. Winge, D.E. Eckels, E.L. DeKalb, V.A. Fassel // J. Anal. At. Spectrom. 1988. V. 3. P. 849-855.
13. Суриков В.Т. Определение металлических элементов основы в оксидных системах, обладающих высокотемпературной сверхпроводимостью / В.Т. Суриков, И.А. Панкова, В.М. Егорочкин, Д.И. Курбатов, Э.М. Лебедева, С.Д. Сурина, Н.И. Москаленко, Л.Л. Соколова // Заводская лаборатория. 1990. Т. 56, № 8. С. 25-28.
14. Surikov V.T. Determination of carbonates content in complex superconducting oxides / V.T. Surikov, N.I. Moskalenko, T.P. Lyampasova // ICP Inform. Newslett. 1991. V. 16. P. 645.

\* \* \* \* \*

---

*THE HOME-MADE SIMPLIFIED DEMOUNTABLE TORCH FOR HIGH-FREQUENCY INDUCTIVELY COUPLED ARGON PLASMA*

*V.T. Surikov, N.I. Moskalenko*

*The main features of torches with tangential and linear - laminar types of internal gas streams are briefly considered. The design of the home-made simplified demountable torch for high-frequency inductively coupled argon plasma is offered.*

---