

УДК 543.423

ИЗУЧЕНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ И ИНТЕНСИВНОСТЕЙ СПЕКТРАЛЬНЫХ ЛИНИЙ АНАЛИТОВ ПО ВЫСОТЕ ПЛАЗМЕННОГО ФАКЕЛА ДУГОВОГО ДВУХСТРУЙНОГО ПЛАЗМОТРОНА

© А. В. Купцов¹, С. Б. Заякина², А. И. Сапрыкин¹

Статья поступила 26 сентября 2014 г.

С использованием многоканального эмиссионного спектрометра «Гранд» с дуговым плазмотроном в качестве источника возбуждения изучено распределение температуры, интенсивности спектральных линий благородных металлов и фонового сигнала по высоте плазменного факела. Показано, что угол между электродами плазменной горелки оказывает значимое влияние на распределение температуры и интенсивности аналитических линий благородных металлов.

Ключевые слова: двухструйный дуговой плазмотрон; атомно-эмиссионная спектрометрия; благородные металлы.

Компанией «ВМК-Оптоэлектроника» разработан новый спектральный комплекс на основе спектрометра «Гранд» [1, 2] с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (МАЭС) [3] и двухструйного дугового плазмотрона (ДДП) новой конструкции [4]. Преимущество использования ДДП состоит в возможности прямого элементного анализа порошковых проб. Это обусловлено высокой мощностью ДДП и относительно слабыми матричными влияниями. Применение такого источника возбуждения особенно эффективно для анализа геологических объектов, которые отличаются большим разнообразием и сложным матричным составом. В этом случае упрощается пробоподготовка, так как исключается стадия разложения пробы, что

для геологических объектов зачастую является сложной задачей, и значительно сокращается время анализа. Как показано в работах [5 – 7], ДДП является перспективным источником возбуждения при анализе таких объектов.

Цель настоящей работы состояла в исследовании влияния температуры плазменного факела двухструйного дугового плазмотрона на интенсивности спектральных линий для выбора аналитической зоны (зоны регистрации сигнала) при определении благородных металлов в геологических образцах.

Внешний вид горелок плазмотрона в двух существующих вариантах показан на рис. 1. Второй вариант горелок, используемый в данной работе, отличается более массивным корпусом, снижающим влияние восходящего воздушного потока на ввод пробы в плазму. Такая конструкция позволяет повысить воспроизводимость и точность результатов спектрального ана-

¹ ФГБУН Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск, Россия; e-mail: kuptsov@niic.nsc.ru

² ФГБУН Институт геологии и минералогии им. акад. В. С. Соболева СО РАН, г. Новосибирск, Россия.

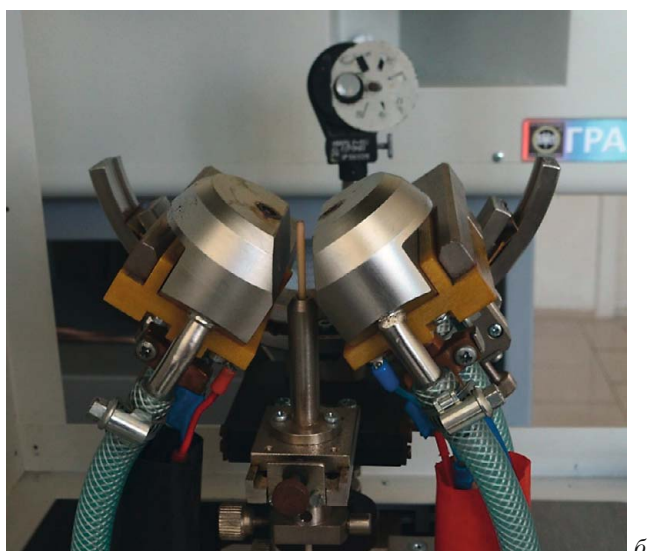


Рис. 1. Внешний вид горелок плазмотрона: первый (а) и второй (б) варианты

лиза. Известно, что конструкция горелки и такие параметры, как угол между электродами (соответственно угол между плазменными струями), расходы газов и мощность дуги, оказывают сильное влияние на распределение температуры и интенсивности спектральных линий аналитов по высоте плазменного факела, что в конечном итоге сказывается на результатах количественного химического анализа (КХА). Основное внимание в данной работе уделяли исследованию условий формирования аналитического сигнала в плазмотроне новой конструкции с целью выбора аналитической зоны и оптимального угла между электродами.

В качестве объекта анализа использовали стандартный образец (СО) концентрата платинового КП-1, состав которого приведен в таблице. Пробы СО готовили последовательным разбавлением навески КП-1 (10 мг) спектрально чистым графитовым порошком в 15 000 раз.

Изучали распределения температуры плазмы и интенсивности спектральных линий Ag, Au, Pd и Pt, а также фонового сигнала ($I_{\text{ф}}$) по высоте факела. За интенсивность аналитической линии ($I_{\text{х, ал}}$) определяемого элемента x принимали разность измеренной интенсивности линии ($I_{\text{х}}$) и фонового сигнала: ($I_{\text{х, ал}} = I_{\text{х}} - I_{\text{ф}}$). При проведении измерений за нулевую точку отсчета принимали нижнее положение горелки,

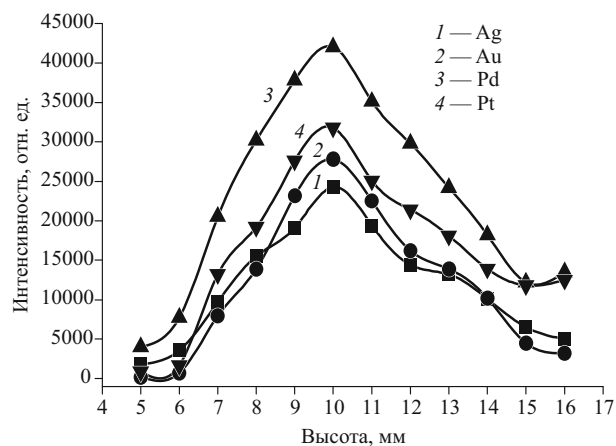


Рис. 2. Распределение интенсивностей аналитических линий Ag, Au, Pd и Pt по высоте факела ДДП при угле между горелками 60°

заданное конструкцией ДДП. Спектры проб СО регистрировали с шагом по высоте факела 1 мм. Исследования проводили при силе тока 85 А и угле между электродами 60°. Расход аргона составлял: 4 л/мин (плазмообразующий поток) и 0,75 л/мин (транспортирующий поток). Результаты измерений интенсивности аналитических линий Ag I 338,289 нм, Au I 267,595 нм, Pd I 340,458 нм и Pt I 306,471 нм приведены на рис. 2. Видно, что измеренная интенсивность имеет единственный максимум на высоте 10 мм от нижнего положения горелки. Фоновый сигнал при этом равномерно растет и достигает максимума на высоте 12 – 14 мм (рис. 3), что соответствует точке слияния плазменных струй. Минимум относительного стандартного отклонения интенсивности наблюдается в той же области, что и максимум интенсивности аналитических линий, и не превышает 10 % (рис. 4).

Поскольку конструкция прибора допускает возможность изменения угла между электродами горелки в диапазоне 60 – 90° (рис. 5), было изучено влияние угла между электродами. Регистрацию спектров СО проводили по высоте факела с шагом 1 мм при углах 60°, 70°, 80° и 90°. Показано (рис. 6), что увеличение угла между электродами горелки сказывается на интенсивности аналитических линий благородных металлов (БМ). Максимальная интенсивность достигается при угле 60 – 70°. Дальнейшее увеличение угла

Аттестованные содержания элементов в СО концентрата платинового КП-1

Элемент	Содержание, %	Элемент	Содержание, %
Au	3,06	Ru	0,22
Ag	13,42	Cu	0,07
Ir	0,072	Fe	0,78
Pd	46,90	Ni	0,36
Pt	12,33	Se	2,33
Os	0,012	SiO ₂	0,29
Rh	0,51	S	1,41

между электродами горелки приводит к падению интенсивности, но не вызывает существенного сдвига максимума по высоте факела. Минимальное стандартное отклонение наблюдали при угле между горелками 70° .

Температуру плазмы ДДП оценивали методом относительных интенсивностей, используя линии железа:

$$T = 5040(E_2 - E_1) / \lg\{(I_1 a_2) / (I_2 a_1)\}, \quad (1)$$

где $a = \lambda/gA$, A — вероятность перехода; g — статистический вес нижнего уровня; E — энергия верхнего уровня; λ — длина волны; I — интенсивность. Этот прием широко используется для характеристики плаз-

мы [8]. Точность оценки температуры при этом тем выше, чем больше разность энергий $E_2 - E_1$. В нашей работе использовали атомные линии железа: Fe 244,257; Fe 246,515; Fe 246,887; Fe 298,357; Fe 304,266 нм. На рис. 7 показано распределение температуры по высоте факела. Максимальная температура наблюдается при углах между плазменными струями 60° и 70° и достигает $7500 - 8000$ К на высоте 12 – 13 мм от основания факела (точка слияния). Дальнейшее изменение угла приводит к понижению температуры до $6500 - 7000$ К, что в свою очередь сказывается на интенсивности спектральных линий. Отметим, что распределение температуры при углах 80° и 90° имеет ярко выраженный максимум, который сдвинут к основанию факела и находится на высоте 11 мм. Это объясняется изменением положения точки слияния плазменных струй.

Проведенные исследования показали зависимость распределения интенсивностей аналитических линий БМ, а также температуры факела от угла между горелками. Из экспериментов следует, что оптимальный угол между горелками для определения БМ — 70° .

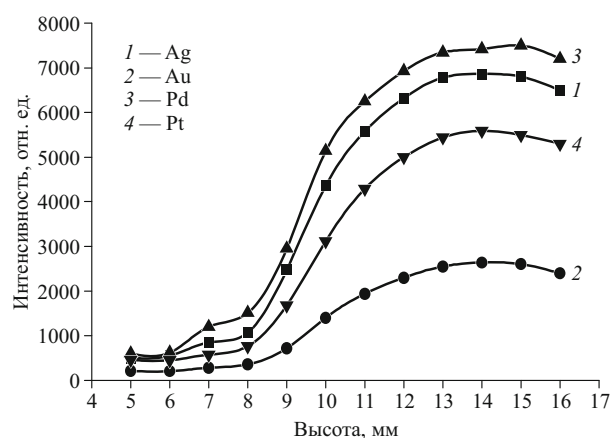


Рис. 3. Распределение интенсивности фонового излучения по высоте факела

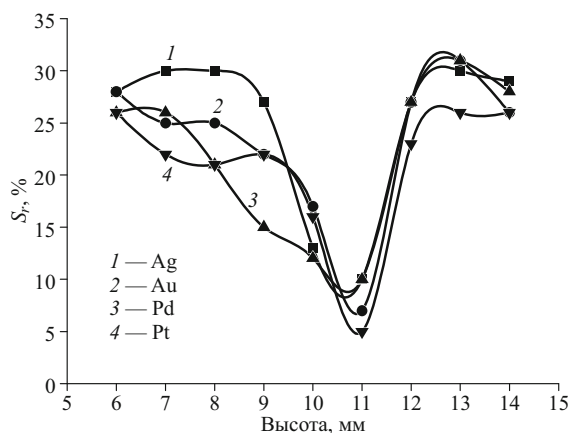


Рис. 4. Распределение относительного стандартного отклонения по высоте факела

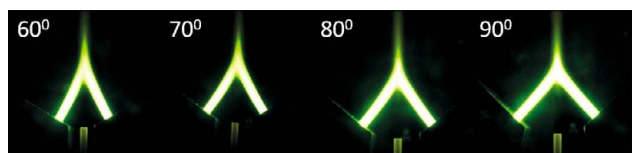


Рис. 5. Вид факела при разных углах между горелками

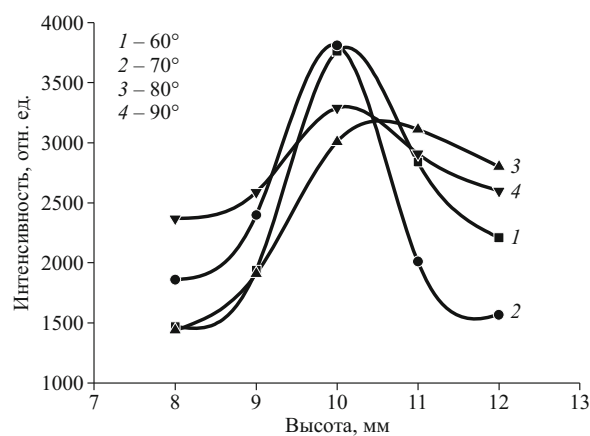


Рис. 6. Распределение интенсивности линии Pt 306,471 нм по высоте факела ДДП при разных углах

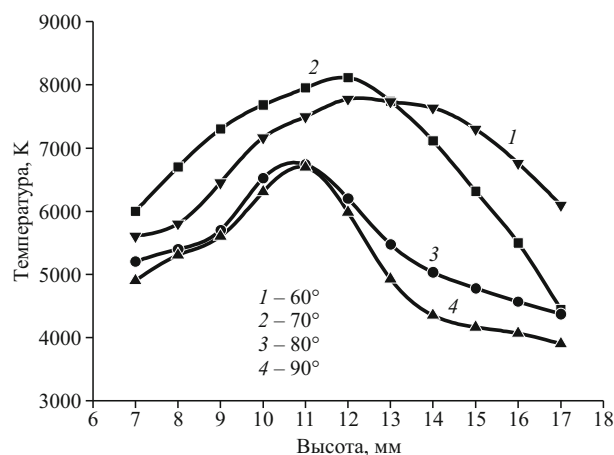


Рис. 7. Распределение температуры факела при разных углах между горелками

При таком угле интенсивность аналитических линий и температура факела максимальны, а стандартное отклонение минимально. Выполненные исследования являются частью работы по оптимизации условий анализа порошковых проб с использованием двухструйного дугового плазмотрона. Для выбора оптимальных условий проведения анализа необходимо провести изучение зависимости этих параметров от мощности дуги и расхода газов (плазмообразующего и транспортирующего). В дальнейшем планируется провести такое многофакторное исследование. Оно позволит не только установить влияние каждого фактора, но и их взаимное влияние, что является необходимым для выбора оптимальных условий атомно-эмиссионного спектрального анализа с использованием спектрального комплекса на основе спектрометра «Гранд» и двухструйного дугового плазмотрона.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лабусов В. А. Комплексы приборов для атомно-эмиссионного спектрального анализа на основе спектрометра «Гранд» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 4. С. 21 – 29.
2. Лабусов В. А., Попов В. И., Путьмаков А. Н. и др. Анализаторы МАЭС и их использование в качестве систем регистрации и обработки атомно-эмиссионных спектров / Аналитика и контроль. 2005. Т. 9. № 4. С. 110 – 115.
3. Черевко А. С., Юделевич И. Г., Попова В. П., Тагильцев А. П. Атомно-эмиссионный спектральный анализ порошков с использованием дугового двухструйного плазмотрона / Журн. аналит. химии. 1988. Т. 43. № 3. С. 426 – 434.
4. Заякина С. Б., Аношин Г. Н., Герасимов П. А., Смирнов А. В. Автоматизированная установка для атомно-эмиссионного определения золота, серебра и платиновых металлов / Журн. аналит. химии. 1999. № 8. С. 877 – 884.
5. Заякина С. Б., Аношин Г. Н. Сравнение распределений температуры возбуждения и интенсивностей аналитических линий благородных металлов в двухструйных дуговых плазмотронах, применяемых в атомно-эмиссионном анализе / Химия высоких энергий. 2007. Т. 41. № 4. С. 319 – 324.
6. Пат. 2458489 РФ. Двухструйный дуговой плазмотрон / Герасимов В. А., Лабусов В. А., Саушкин М. С.; заявитель и патентообладатель ООО «ВМК-Оптоэлектроника». — 2006105035/28; заявл. 17.02.2006; опубл. 10.05.2007, бюл. № 13.
7. Пат. 2298889 РФ. Двухструйный дуговой плазматрон для атомно-эмиссионного спектрального анализа / Тагильцев А. П., Тагильцев Е. А., Карпов Ю. А., Барановская В. Б.; заявитель и патентообладатель ОАО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет». — № 2011108246/07; заявл. 04.03.2011; опубл. 10.08.2012, бюл. № 22.
8. Методы исследования плазмы / Под ред. В. Лохте-Хольтгревена, пер. с англ. — М.: Мир, 1971. С. 140 – 144.