

ВЛИЯНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ НА ТЕМПЕРАТУРУ НАГРЕВАНИЯ ИЗНАШИВАЕМОЙ ПЕЧИ СПЕКТРОМЕТРА С-600

*А.Н. Кулик, А.Н. Бугай, Ю.В. Рогульский, О.Б. Лысенко**

Институт прикладной физики НАН Украины

ул. Петропавловская, 58, г. Сумы, 40030

E-mail: caine@ipflab.sumy.ua, alex_bug@hotmail.ru, rogulsky@pochta.ru

**Сумский государственный университет,*

ул. Р.-Корсакова, 2, г. Сумы, 40007

Построены зависимости температуры нагрева печей спектрометра С-600 от задаваемого электрического напряжения. Исследованы изменения массы и напряжения в процессе износа печей. Определены границы превышения температуры нагрева печей относительно заданных значений.

ВВЕДЕНИЕ

Вследствие отсутствия продольной неизотермичности, разработчики приборов предпочитают боковое расположение контактов электротермического атомизатора [1, 2, 3]. При изучении влияния износа такого атомизатора спектрометра С-600 [4] на протекание атомизации меди [5], был обнаружен факт дрейфа электрического напряжения на печи при неизменном значении заданной на электронном табло температуры. Замеченный нюанс наталкивает на мысль, что и температура печи, в данном случае, не остается постоянной, так как, в угоду мобильности, конструкция прибора была упрощена и величина нагрева регулируется без коррекции пирометром по задаваемой мощности, как, например, у комплекса КАС-120 [6].

Цель настоящей работы – исследование, в процессе износа, изменения напряжения и связанного с этим повышения температуры на атомизирующей ячейке спектрометра С-600.

ПРИБОР И ЭКСПЕРИМЕНТ

Мобильный спектрометр С-600 работает от сети однофазного переменного тока (220 В, 50 Гц, 25 А), имеет воздушное охлаждение атомизатора, аналитический сигнал обрабатывается встроеным процессором. В лабораторных условиях предусмотрен обдув аргоном и возможность сопряжения с персональным компьютером (ПК).

Атомизирующая ячейка (графитовая печь) электротермического атомизатора представлена двумя вариантами: трубчатым и в виде чашки, что позволяет анализировать как жидкие, так и твердые пробы соответственно. Температура нагрева атомизатора регулируется проходящим током величина которого определяется прилагаемым напряжением. Диапазон устанавливаемых температур графитовой печи от 313 до 2673 К. Потребляемая мощность при максимальной температуре печи и включенном корректоре фона не более 5,5 кВт.

При проведении эксперимента использовалась уже отработанная методика износа печей [7, 8], поэтому, для случая с обдувом аргоном, количество нагреваний составляло 150, а без обдува – 50 циклов. Концентрация раствора меди составляла 0,5 мг/л. Измерение электрических параметров проводились согласно апробированной схеме [9, 10]. Напряжение на печи измерялось на графитовых контактах цифровым вольтметром В7-35. Показания получали в условиях нагрева с включенным обдувом печи аргоном (0,03 м³/ч) без добавления пробы и дозируемом ее количестве (10 мкл). Применялись печи (трубки, чашки) и

контакты со среднестатистической массой соответствующих выборок [7], предварительно взвешенных на аналитических весах марки АДВ-200М. Задавалась стандартная программа нагревания для определения меди в жидкой пробе: 373 К, 20 с; 873 К, 10 с; 2673 К, 5 с. Проводились не менее трех параллельных измерений с последующим усреднением полученных данных.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Значения измеренного напряжения на контактах атомизатора, при разных установленных температурах на программаторе спектрометра, находятся в линейной зависимости (рис. 1), и близки к таковым у КАС-120 [10].

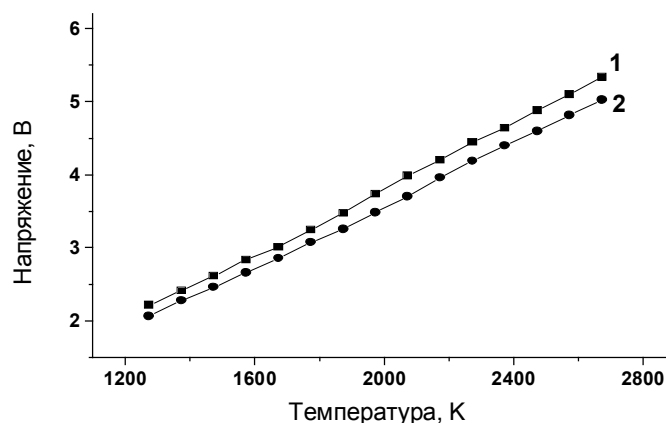


Рисунок 1 – Зависимость напряжения в электрической цепи атомизатора от заданной температуры, в случае когда печь имеет форму: 1 – трубки; 2 – чашки

Исходя из вышесказанного, можно предположить, что уже готовую разработку впоследствии приспособили для прибора С-600. Однако не были учтены его конструкционные отличия: открытый атомизатор, воздушное охлаждение, примитивный механизм обдува защитным газом, иная масса и геометрия печей и др., которые при высокой температуре нагревания способствуют ускоренной потере графита [7, 8] в месте наибольшего сопротивления электрической цепи – атомизирующей ячейке (рис. 2).

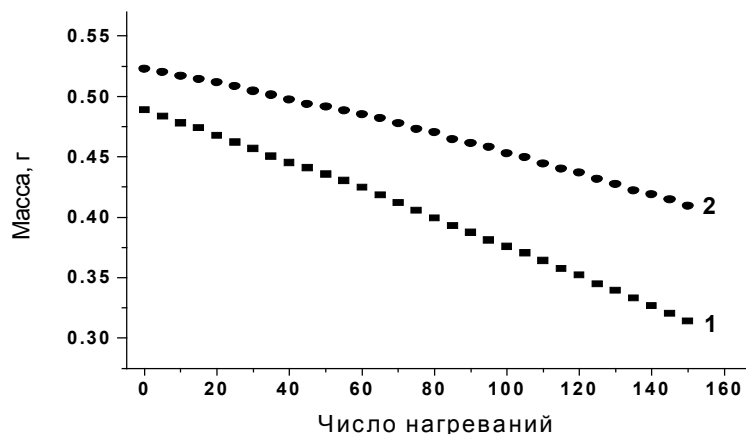


Рисунок 2 – Зависимость массы печи от количества нагреваний в случае, когда печь имеет форму: 1 – трубки; 2 – чашки

При этом электрическое сопротивление системы «графитовые держатели-атомизатор» возрастает еще больше. Вследствие этого, чтобы поддерживать заданную мощность стабильной, изменяется напряжение (рис. 3).

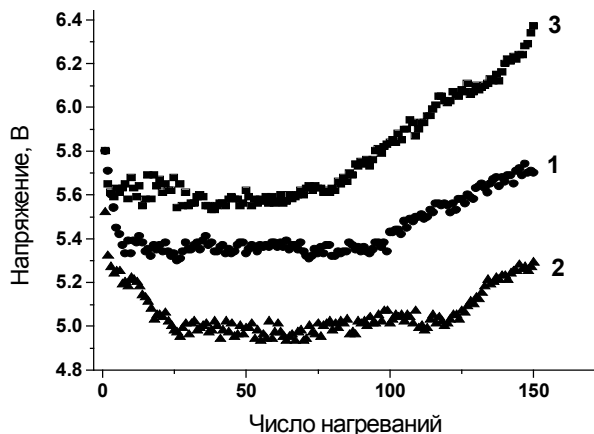


Рисунок 3 – Зависимость напряжения в электрической цепи атомизатора от количества нагреваний, где изнашиваемая печь: 1 – трубка без пробы; 2 – чашка без пробы; 3 – трубка и проба

Причем, оказывается, что начиная с определенного момента, этот процесс начинает протекать особенно активно. Время существенного подъема напряжения зависит от изначальной массы печи и факторов влияющих на ее износ (в нашем случае – дозирование жидкой пробы).

Однако, рассеивание одной и той же мощности на изнашиваемой печи, ведет к очевидному превышению заданной температуры, которое, согласно расчетов, для чашки составляет примерно 140 К (от 110 до 150 нагревания), для трубки без пробы – 160 К (от 100 до 150), а для трубки в которую дозировалась проба объемом 10 мкл – 330 К (от 80 до 150). При этом трудно учесть повышение температуры, которое происходит в начальной стадии притирки держателей и печи (отсюда скачки напряжения) или влияние износа незащищенных от доступа атмосферного воздуха краев печей. Ведь, вследствие поперечного расположения графитовых контактов атомизатора, напряжение (вслед за сопротивлением) начинает повышаться лишь после уменьшения площади сечения, через которую протекает электрический ток. Указанная площадь у трубчатых печей и чашек изменяется по-разному из-за их различного расположения относительно направления течения защитного газа. Чашки устанавливаются параллельно потоку аргона, а трубки – перпендикулярно. В первом случае обдув неровностей печи происходит более качественно и чашки лучше сохраняются, но специализация для работы с сухими пробами ограничивает область их применения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Обобщая анализ полученных экспериментальных данных можно сделать следующие вывод – спектрометр С-600 мало приспособлен для прецизионных аналитических измерений, потому что значение температуры нагревания печи его атомизатора в значительной степени зависит от множества неконтролируемых факторов одним из которых является электрическое напряжение. Однако прибор вполне корректно способен выполнять мониторинг предельно допустимых концентраций отдельных элементов.

SUMMARY

INFLUENCE OF THE ELECTRIC VOLTAGE CHANGE ON HEATING TEMPERATURE OF THE WORN OUT FURNACE OF S-600 SPECTROMETER

*Kulik A.N., Bugay A.N., Rogulsky Yu.V., Lysenko O.B.**

Institute of Applied Physics of National Academy of Sciences of Ukraine, Sumy

E-mail: caine@ipflab.sumy.ua, alex_bug@hotmail.ru, rogulsky@pochta.ru

**Sumy State University*

The dependences of heating temperature on the preset electric voltage of S-600 spectrometer furnaces are built. The changes of mass and voltage during the furnaces wearing out (deterioration) are studied. The boundaries of the heating temperature excess compared with the preset values are determined.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sperling M., Welz B., Hertzberg J. et al. Temporal and spatial temperature distributions in transversely heated graphite tube atomizers and their analytical characteristics for atomic absorption spectrometry // *Spectrochimica Acta*. – 1996. – V. 51 B. – P.897-930.
2. Frech W. Recent developments in atomizers of electrothermal atomic absorption spectrometry // *Fresenius J. Anal. Chem.*, –1996. – V. 355. – P. 475-486.
3. Katskov D.A., Marais P.J.J.G., Ngobeni P. Transverse heated filter atomizer for electrothermal atomic absorption spectrometry // *Spectrochimica Acta*. – 1998. – V. 53 B. – P.671-682.
4. Заводская лаборатория. – 1993. – Т. 59. – № 11. – С. 65.
5. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В., Лысенко О.Б. Влияние износа печи спектрометра С-600 на протекание процесса атомизации меди // *Вісник Сумського державного університету*. – 2006. – № 9. – С. 82-90.
6. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В. Влияние массы в результате износа графитовой трубчатой печи на температурный режим электротермического атомизатора атомно-абсорбционного спектрометра КАС-120 // *Аналитика и контроль*. – 2004. – Т. 8, № 3. – С. 231-235.
7. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В., Лысенко О.Б. Исследование динамики потери материала в процессе износа графитового атомизатора атомно-абсорбционного спектрометра С-600 // *Вісник Сумського державного університету*. – 2003. – № 8. – С. 78-84.
8. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В., Лысенко О.Б. Исследование динамики потери графита в процессе износа печи атомизатора атомно-абсорбционного спектрометра С-600 под воздействием жидкой пробы // *Вісник Сумського державного університету*. – 2003. – № 10. – С. 131-135.
9. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В., Захарец М.И., Суходуб Л.Ф. Экспресс-оценка температуры графитовой печи атомно-абсорбционного спектрофотометра // *Заводская лаборатория*. – 2004. – № 1. – С. 19-22.
10. Кулик А.Н., Бугай А.Н., Рогульский Ю.В., Лысенко О.Б. Определение удельного электрического сопротивления графита при высоких температурах с использованием атомно-абсорбционного комплекса // *Вісник Сумського державного університету*. – 2004. – № 10. – С. 96-100.

А.Н. Кулик, младший научный сотрудник;
А.Н. Бугай, кандидат физ.-мат. наук, старший научный сотрудник;
Ю.В. Рогульский, кандидат физ.-мат. наук, старший научный сотрудник;
О.Б. Лысенко, кандидат физ.-мат. наук, доцент кафедры моделирования сложных систем

Поступила в редакцию 23 апреля 2008 г.