

P13-2004-108

В. Ф. Минашкин, В. Н. Самойлов, С. И. Тютюнников,
В. Н. Шаляпин

СИСТЕМА ПРОБОПОДГОТОВКИ ДЛЯ
АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА СОСТАВА
ВЕЩЕСТВА

Минашкин В. Ф. и др.

P13-2004-108

Система пробоподготовки для атомно-эмиссионного анализа
состава вещества

Приводится описание разработанной системы пробоподготовки для прототипа атомно-эмиссионного спектрометра. Система состоит из пьезораспылителя, нагревателя, двухстадийного охладителя, датчиков контроля температуры и протока рабочего газа. Диапазон протока рабочего газа до 1 л/мин, температуры — от 0 до 300 °С. Работа системы иллюстрируется экспериментальными данными.

Работа выполнена в Научном центре прикладных исследований ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2004

Перевод авторов

Minashkin V. F. et al.

P13-2004-108

Sample System for the Atomic-Emission Analysis
of Substance Composition

The description of the developed sample system for the atomic-emission spectrometer prototype is presented. The system consists of a nebulizer, a heater, a two-step cooler, temperature and support gas control detectors. The range of a support gas flow is up to 1 l/min, temperatures from 0 up to 300 °C. The operation of the system is illustrated by experimental data.

The investigation has been performed at the Scientific Center of Applied Research, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2004

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы определяется необходимостью контроля окружающей среды и продуктов питания. Эта проблема стоит достаточно остро, особенно в промышленно развитых районах страны. Для определения состава вещества применяют различные методы анализа, позволяющие сделать это с высокой точностью. К их числу прежде всего следует отнести использование ядерно-физических методов анализа состава вещества (гамма-активационный, активационный анализ с использованием заряженных частиц, нейтронный активационный анализ). Но для этих методов анализа требуется уникальное, дорогостоящее оборудование и высокопрофессиональный обслуживающий персонал.

Для анализа состава вещества также широко применяются устройства на основе источников индуктивно-связанной плазмы, принцип действия которых состоит в возбуждении и ионизации атомов элементов исследуемого вещества. Возбуждение и ионизация атомов осуществляются мощным высокочастотным электромагнитным полем в потоке буферного газа (как правило, аргона). Но эти устройства также дороги и сложны в эксплуатации, потребляют большую мощность и требуют большого расхода буферного газа.

Использование для анализа вещества нового типа источника возбуждения спектров на основе импульсного одноэлектродного самостабилизирующегося высокочастотного разряда с модуляцией [1] даст ряд преимуществ. Это значительное сокращение потребляемой мощности и расходных материалов (газа аргона), возможность создать мобильный вариант, снижение стоимости.

Одной из основных задач при проведении анализа является подготовка исследуемого вещества. В статье описывается прототип системы пробоподготовки вещества для анализа и основные параметры этой системы. Следует отметить тот факт, что генератор высокочастотной плазмы создает очень высокий уровень высокочастотных помех, что накладывает определенные требования на электронику управления и контроля.

1. ОБЩЕЕ ОПИСАНИЕ СИСТЕМЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ

Система пробоподготовки газовой смеси для анализа состоит из нескольких основных элементов, с помощью которых осуществляется подготовка исследуемого вещества к анализу (рис. 1, 2). Газ аргон из баллона через расходомер поступает в пьезораспылитель, в котором происходит смешивание исследуемого вещества, воды и газа аргона. Далее эта смесь поступает в нагреватель 1, где происходит нагрев смеси до определенной температуры. После нагревателя смесь поступает в первую ступень охлаждения. Здесь охлаждение осуществляется с помощью вентилятора 4 до температуры окружающей

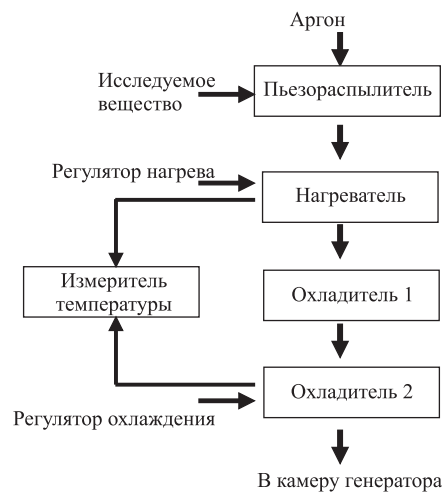


Рис. 1. Структурная схема системы пробоподготовки вещества для анализа

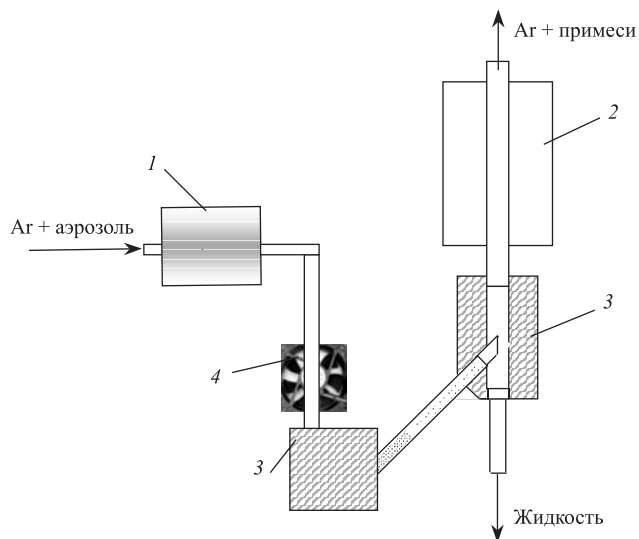


Рис. 2. Элементарная схема системы пробоподготовки: 1 — нагреватель, 2 — холодильник, 3 — переходная камера, 4 — вентилятор

среды. Потом смесь поступает во вторую ступень 2, где охлаждение возможно до отрицательных температур. Подготовленная таким образом смесь поступает в околоэлектродный объем генератора высокочастотной плазмы. Излишки жидкости сливаются в переходных камерах 3.

Следует отметить, что вся электроника выполнена в механике евростандарта и занимает объем в два крейта 3U.

2. РАСХОДОМЕР

Расход аргона при проведении анализов составляет не более 1 л/мин. Для контроля расхода аргона используется датчик расхода газа фирмы «Honeywell» типа AWM2300V, который представляет собой твердотельный высокоточный датчик дифференциального давления, заключенный в пластмассовый корпус с калиброванными отверстиями, по которым производится подвод газа к чувствительному элементу. Датчик работает в диапазоне температур от -25 до $+85$ °С. Согласно техническому описанию к нему была разработана электроника. Информация о величине потока выводится на цифровой индикатор фирмы «VELLEMAN», расположенный на передней панели блока. Абсолютное значение потока определяется путем перевода показания цифрового индикатора согласно калибровочной характеристике, поставляемой с описанием датчика.

3. НАГРЕВАТЕЛЬ

Согласно методике подготовки вещества для анализа смесь, состоящую из газа аргона, воды и исследуемого вещества, необходимо нагреть до определенной температуры. Диапазон температур — от комнатной до 300 °С — регулируется. Для решения этой задачи был сделан нагреватель. Конструктивно он состоит из двух блоков: блока, в котором осуществляется нагрев газовой смеси, и блока управления температурой. Максимальная мощность нагревателя составляет 300 Вт. В блоке управления температурой нагревателя используется так называемый фазовый регулятор мощности PR1000I, который позволяет осуществлять плавное фазовое регулирование напряжения в цепи нагрузки с номинальной мощностью до 1000 Вт.

4. ИЗМЕРИТЕЛЬ ТЕМПЕРАТУРЫ

Диапазон рабочих температур измерителя — от -10 до 300 °С. В качестве датчиков температуры используются термопары типа К (хромель-алюмель). Информация о температуре в измеряемой области выводится на цифровой индикатор фирмы «VELLEMAN», расположенный на передней панели блока. В принципе, с помощью этого типа термопар и применяемой электроники можно измерять температуру в диапазоне от -200 до 1250 °С.

5. ОХЛАДИТЕЛЬ

Охлаждение газовой смеси до определенной температуры является составной частью методики подготовки исследуемого вещества к анализу. Ис-

пользуются две ступени охлаждения. На первой ступени (охладитель 1) производится предварительное охлаждение смеси с помощью вентилятора до температуры окружающей среды. Охладитель 2 сделан с использованием элементов Пельтье. Конструктивно охладитель выполнен в виде двух блоков — блока питания и блока охладителя. Блок охладителя состоит из рабочей камеры с исследуемым веществом, элементов Пельтье, радиатора и вентиляторов. Охлаждающая камера закрыта теплоизолирующим веществом с целью снижения теплопритоков и достижения максимального перепада температур при минимальной мощности потребления. Используются два элемента Пельтье, каждый потребляет максимальную мощность $4 \text{ A} \times 15 \text{ В}$. Блок питания используется для питания элементов Пельтье и вентиляторов блока охладителя. На передней панели блока расположены органы управления и контроля.

На рис. 3 показана фотография прототипа атомно-эмиссионного спектрометра с системой пробоподготовки.



Рис. 3. Прототип атомно-эмиссионного спектрометра с системой пробоподготовки

6. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ СИСТЕМЫ ПРОБОПОДГОТОВКИ

Испытания системы пробоподготовки показали устойчивую работу всех ее компонентов. При этом были получены хорошие результаты по пределу детектирования D примесей в водных растворах. В качестве примера на рис.4 приведен спектр излучения калибровочного водного раствора цинка с концентрацией $C = 2 \text{ мкг/мл}$. Время набора спектра 100 мс. В данном

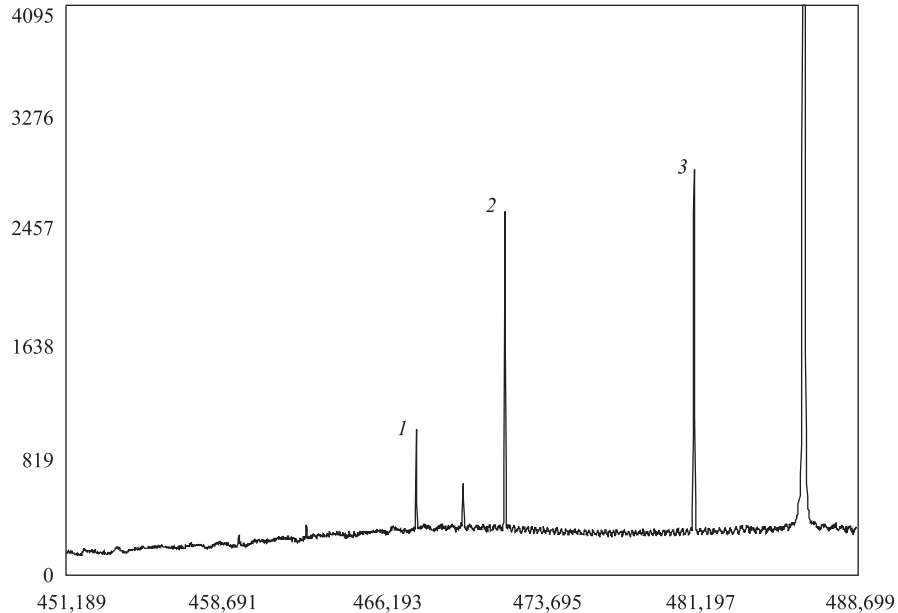


Рис. 4. Спектр излучения калибровочного водного раствора цинка Zn с концентрацией $C = 2$ мкг/мл: 1 – $\lambda = 468,014$ нм; 2 – $\lambda = 472,216$ нм; 3 – $\lambda = 481,053$ нм (температура нагревателя 290 °С, холодильника 7 °С)

случае предел детектирования составляет $D = 3$ нг/мл. При этом норматив в России [2] по содержанию Zn составляет 5 мкг/мл, а реальное его содержание в питьевой воде в Москве [3] составляет 37 нг/мл. Таким образом, по данному элементу прототип АЭС ИВЧ достигает вполне удовлетворительного результата.

7. ПРЕДЛОЖЕНИЯ

Созданный вариант системы пробоподготовки вещества к исследованию является прототипом. Его основное назначение — отработка методики подготовки вещества к анализу, оптимизация основных элементов (нагревателя, охладителя и т. д.). С точки зрения создания промышленного варианта прибора необходимо иметь возможность подключения созданного прибора к компьютеру. Для решения этой задачи необходимо параллельно с отработкой прототипа разработать ряд аппаратно-программных средств. К их числу относится выбор интерфейса, стандарта на электронику, перевод электроники с ручного управления на программный и т. д. С помощью компьютера появится возможность запоминать режимы работы и восстанавливать их, созда-

вать архив данных и тому подобное. На рис. 5 показан один из вариантов организации электроники управления и связь ее с компьютером, где Дш — дешифратор адреса; Рг Вх — входной регистр; Рг Вых — выходной регистр; АЦП — аналогово-цифровой преобразователь; ЦАП — цифроаналоговый преобразователь; К — коммутатор; Рг Упр — регистр управления.

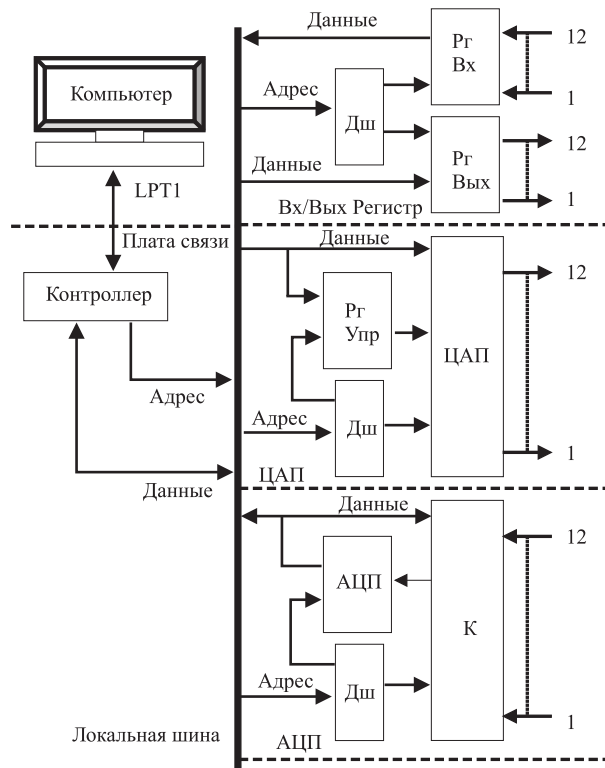


Рис. 5. Пример организации блока управления аппаратурой системы пробоподготовки

Блок управления состоит из следующих плат:

- 1) плата связи (контроллер) с компьютером по порту LPT1, выполняющая функцию контроллера всего блока управления и организующего связь плат локальной шины с компьютером;
- 2) плата входных/выходных регистров управления и состояния (12 входов и 12 выходов);
- 3) плата 12 канального ЦАП с выходным напряжением ± 5 В;
- 4) плата 12 канального АЦП с входным диапазоном ± 5 В.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Самойлов В. Н., Тютюнников С. И., Шаляпин В. Н.* // Письма в ЭЧАЯ. 2004. Т. 1, № 1(118). С. 58.
2. Государственный контроль качества воды. М., 2003. С. 773.
3. *Фомин Г. С.* Вода. М., 2000. С. 838.

Получено 6 июля 2004 г.

Редактор *Е. К. Аксенова*

Подписано в печать 3.08.2004.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 0,43. Уч.-изд. л. 0,58. Тираж 305 экз. Заказ № 54546.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований
141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6.

E-mail: publish@pds.jinr.ru

www.jinr.ru/publish/