

УДК 533.9.082.5 (575.2) (04)

ПОСТУПЛЕНИЕ ПОРОШКОВЫХ ПРОБ В ЗОНУ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ДУГИ ПРИ ПОДАЧЕ ИЗ ПОРШНЕВОГО ЭЛЕКТРОДА

Н.И. Дудникова – канд. физ.-мат. наук, доцент,

Т.А. Скуратова – инженер,

Н.Ф. Трапицын – канд. физ.-мат. наук, профессор

Изучена равномерность поступления порошковых проб в область дуговой плазмы. Подачу образцов производили с помощью поршневого электрода, штабика и угольного электрода.

Ключевые слова: высоковольтная дуга переменного тока; поршневой электрод; угольный электрод.

При проведении количественного спектрального анализа на точность результатов большое влияние оказывает равномерность поступления элементов в зону разряда.

Ранее было показано [1, 2], что использование штабика для подачи порошковой пробы в дуговую плазму приводит к положительным результатам. При этом достигается равномерность поступления и уменьшается предел обнаружения элементов. Недостатком этого метода является необходимость использования горизонтальной дуги, в то время как в спектральных лабораториях чаще всего используется вертикальное расположение электродов. Для преодоления этого затруднения была использована идея “поршневого электрода” [3, 4], заключающаяся в том, что через центр нижнего стандартного угольного электрода диаметром 6 мм и длиной 30 мм просверливался сквозной канал диаметром 2 мм и через этот канал с помощью механической подачи [2] проталкивался штабик с изучаемой пробой. После установления равновесного состояния горения дуги штабик выступает над поверхностью нижнего электрода примерно на 1 мм. Дуга либо опирается на разогретый штабик, либо вращается по внутреннему каналу нижнего электрода, и горит стабильно. Во время экспозиции нижний электрод почти не разогревается и почти не сгорает.

В данных экспериментах в качестве источника света применялась высоковольтная дуга переменного тока.

ЭДС источника 1900 В, сила тока – 2, 3 и 4 А. Верхний электрод заточен на конус. Расстояние между электродами 5 мм. Фотографирование спектров проводили на спектрографе ИСП – 28 с трехлинзовой системой освещения и ши-

риной входной щели 0,02 мм на фотопластинки “спектральный тип ЭС” чувствительностью 10 ед. ГОСТа. Для получения кинематических графиков, характеризующих поступление веществ в зону разряда, время экспозиции составляло 15 с с последующим переводом кассеты вручную. Общее время съемки 3–4 минуты. Графики строились в координатах: по вертикальной оси величины почернений в единицах шкалы микрофотометра МФ – 2, по горизонтальной оси время экспозиции для силы тока в дуге 2, 3 и 4 А.

Вначале в качестве исследуемых элементов использовали молибден и вольфрам, вводимые в угольный порошок в количестве 1% в пересчете на чистый металл в виде молибденовой кислоты H_2MoO_4 и трехоксида вольфрама WO_3 .

Чтобы исключить неравномерность подачи образца в начальный момент зажигания дуги, когда производится разогрев штабика, экспонирование спектра начинали после времени обжига, равного 60 с. При этом разброс в величинах почернения, определяемых шкалой микрофотометра относительно положения центра отклонений точек для различных сил тока в дуге, представлен в табл. 1.

Таблица 1

Разброс в величинах почернения

Элемент	Ток, А		
	2	3	4
W	28	7	44
Mo	50	17	53

Из данных табл. 1 видно, что наибольшая стабильность в почернениях линий в течение экспозиции наблюдается при силе тока в дуге, равной 3 А.

На основании полученных данных последующие эксперименты проводили при силе тока, равной 3 А.

Для дальнейшего изучения способов введения образцов при использовании поршневого электрода было дополнительно изучено поступление элементов Co, Mg, Al, Be в соединениях, свойства которых приведены в табл. 2.

Таблица 2

Свойства химических соединений

Соединения элементов	U_i , эВ	$T_{пл}$, °С	$T_{кип}$, °С
Co, O ₃	7,86	895	
Mg O ₂	7,64	2700	3600
W O ₃	7,98	1470	
H, Mo O ₄	7,10	795	
Al, O ₃	5,98	2030	2800
Be O	9,32	2550	4000

Элементы и их соединения выбирали таким образом, чтобы потенциалы ионизации U_i были и одинаковыми, и резко отличными, а их температуры плавления также примерно одинаковыми и различными. Первоначально исследовали зависимость поступления элементов от температуры плавления соединения. Для этой цели изучали поступление первых четырех элементов с одинаковыми потенциалами ионизации, вводимых в штабик как по отдельности, так и всех элементов вместе. При этом наблюдалось сравнительно равномерное поступление. Однако, несмотря на близость свойств перечисленных элементов, имеется некоторое различие при раздельном введении соединений. Так, к концу третьей минуты интенсивность спектральных линий Mo и W уменьшалась, а Co и Mg, наоборот, увеличивалась. При одновременном введении в штабик всех соединений разброс почернений уменьшался для всех элементов.

Для сравнения влияния потенциала ионизации на поступление элементов из поршневого электрода были использованы элементы алюминий и бериллий. Изучалось как отдельное введение этих элементов в штабик, так и всех 6 элементов вместе. Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о том, что поступление элементов Al и Be при их отдельном введении происходит равномерно. А внесение в один штабик всех элементов не изменяет характера их поступления в зону разряда. Таким образом, можно считать, что ни потенциал ионизации элементов, ни температура плавления соединений, в которые входят элементы, не влияют на характер поступления элементов в зону разряда при их введении из порошкового электрода.

Для анализа величины разброса точек почернения в течение полной ионизации были определены относительные коэффициенты вариаций почернений, полученные за промежуточные экспозиции, по 15 с. Расчет проводили по формуле:

$$V = \frac{100\%}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum \Delta S^2}{n-1}}$$

Здесь S – величина почернения в единицах шкалы микрофотометра МФ – 2; \bar{S} – среднее значение почернения за время полной экспозиции; n – число отдельных измерений за время полной экспозиции.

Исследования проводили для всех 6 выбранных элементов, причем в одной серии в используемую пробу вводили каждый элемент в отдельности, а в другой серии – все 6 элементов вместе.

Для сравнения полученных результатов с другими способами подачи образцов в зону разряда были проведены аналогичные опыты при одинаковых условиях при подаче образцов из штабиков в горизонтальную дугу [1, 2] и из

Таблица 3

Результаты сравнения

Элемент	Поршневые электроды		Штабики		Угольные электроды	
	отдельно	вместе	отдельно	вместе	отдельно	вместе
Co	7,75	4,97	13,8	21,7	18,0	
Mg	13,0	12,3	3,9	26,7	48,0	61,0
W	14,0	6,9	15,1	20,0	24,8	27,7
Mo	27,2	8,3	12,8	12,9	20,2	37,8
Al	15,9	16,6	9,95	10,8	44,7	57,4
Be	27,3	14,3	8,4	28,2		23,7

угольного электрода при тугой набивке в отверстие электрода (табл. 3).

Анализируя данные табл. 3, можно сделать следующие выводы:

1. Равномерность поступления при введении отдельного элемента в поршневой электрод хуже по сравнению с совместным введением элементов. А при использовании штабиков наблюдается обратная зависимость.

2. Равномерность поступления элементов при использовании поршневого электрода и штабика примерно одинаковы и значительно лучше равномерности поступления элементов из канала угольного электрода.

3. При необходимости более точных количественных определений элементов, связанных с равномерностью поступления элементов в ду-

говой разряд, желательно использовать подачу образцов либо из поршневого электрода, либо из штабика.

Литература

1. *Трапицын Н.Ф.* Высоковольтная дуга переменного тока как источник света для эмиссионного спектрального анализа. – Фрунзе: Илим, 1986. – 150 с.
2. *Трапицын Н.Ф., Скуратова Т.А.* // ЖПС. – 1985. – №43. Вып. 2. – С. 181–184.
3. *Noar J.* Spectrochim // Acta. – 1957. – 9. – №2. – С. 157–158.
4. *Русанов А.К., Ильясова Н.В.* Атлас пламенных, дуговых и искровых спектров. – М.: Госгеолтехиздат, 1958. – С. 14.