

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
филиал федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего
образования

«Мурманский арктический государственный университет» в г. Апатиты
(филиал МАГУ в г. Апатиты)

КАФЕДРА ФИЗИКИ, БИОЛОГИИ И ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Выпускная квалификационная работа

ИЗУЧЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ИЗМЕНЕНИЙ УСЛОВИЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ДЛИНЫ
ПОГЛОЩАЮЩЕГО СЛОЯ В ГРАФИТОВОМ АТОМИЗАТОРЕ НА АТОМНО-
АБСОРБЦИОННОМ СПЕКТРОФОТОМЕТРЕ “SHIMADZU”

Выполнил студент специальности
техническая физика
Сергиянский Е.В.

Руководитель: к.ф.-м.н., доцент,
Николаев Виктор Григорьевич

Апатиты 2019

- **Цель работы:** исследовать эффективность изменения изотермичности длины поглощающего слоя атомов в графитовом атомизаторе на атомно-абсорбционном спектрофотометре

- **Задачи:**
 1. Изучить общую, техническую, научную литературу и убедиться в существующей проблеме электротермического нагрева;
 2. С помощью программного комплекса COMSOL Multiphysics смоделировать нагрев графитовой печи и обработать полученные результаты по распределению температуры;
 3. Расчетным способом вычислить длину поглощающего слоя атомов, и сравнить с моделью;
 4. На атомно-абсорбционном спектрофотометре провести ряд экспериментов с изменением длины температурного поля и обработать полученные результаты;
 5. Сделать соответствующие выводы по полученным всем результатам.

Применение атомно-абсорбционного анализа

- Объекты окружающей среды;
- Фармацевтика;
- Нефтяная и нефтехимическая промышленность;
- Metallургия;
- Химическая продукция;
- Биологические объекты;
- Пищевая промышленность;
- Учебные лаборатории;
- Научная работа и др.

Графитовая кювета

Наиболее встречающийся тип электротермического атомизатора – печь ограниченного объема. Данная печь должна работать в инертном газе, например, аргон.

Для того, что бы уменьшить тепловую инерцию, такая печь должна иметь небольшую массу.

Помимо этого за несколько секунд и воспроизводимо нагреваться до высокой температуры, порядка 3000 °С

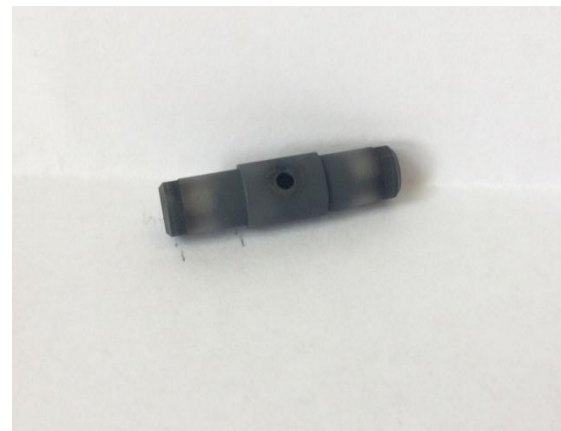


Рис. 1 Графитовая кювета

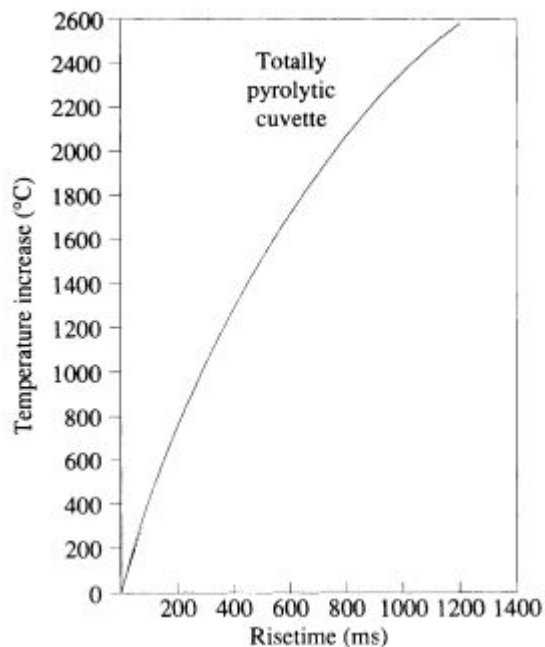


Рис. 2 Нагрев графитовой печи

Поперечный нагрев

Если говорить о нагревании через торцы, то стоит сказать о главном недостатке данного способа нагрева – неоднородность температуры по длине трубчатой печи

Перепад температуры от центра к краям может достигать 1300°C .

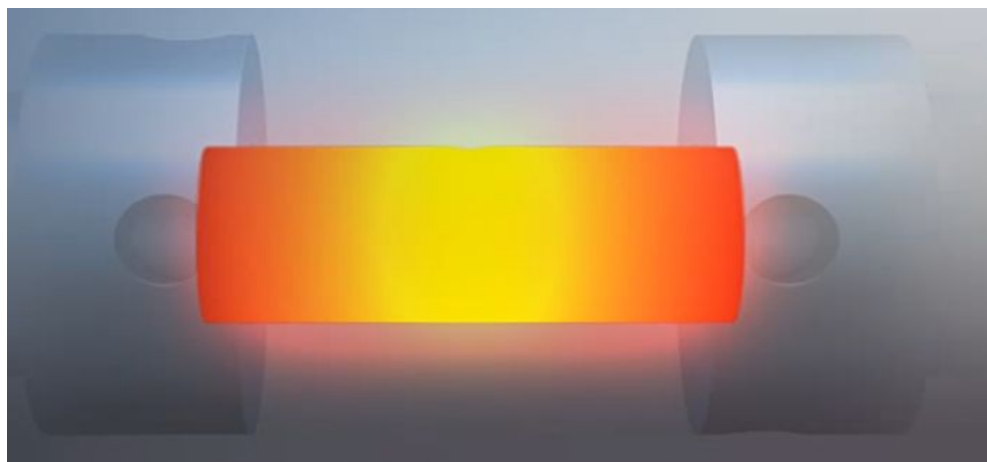


Рис. 3 Распределение температурного поля вдоль графитовой печи

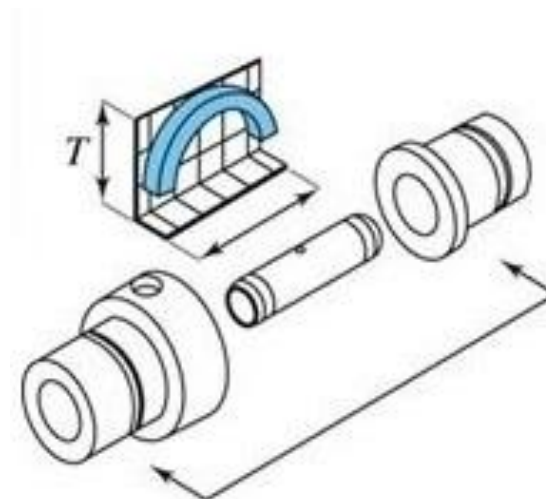


Рис. 4 Градиент температуры

Объект и методы исследования

- Исследования проводились на атомно-абсорбционном спектрофотометре AA-7000 фирмы SHIMADZU
- Методом исследования в данной работе будет выступать построение калибровочных графиков, проверка известной концентрации и проверка этой же концентрации, но с разной температурой атомизации для увеличения длины температурного поля, в зависимости от измеряемого элемента.

Моделирование в COMSOL Multiphysics

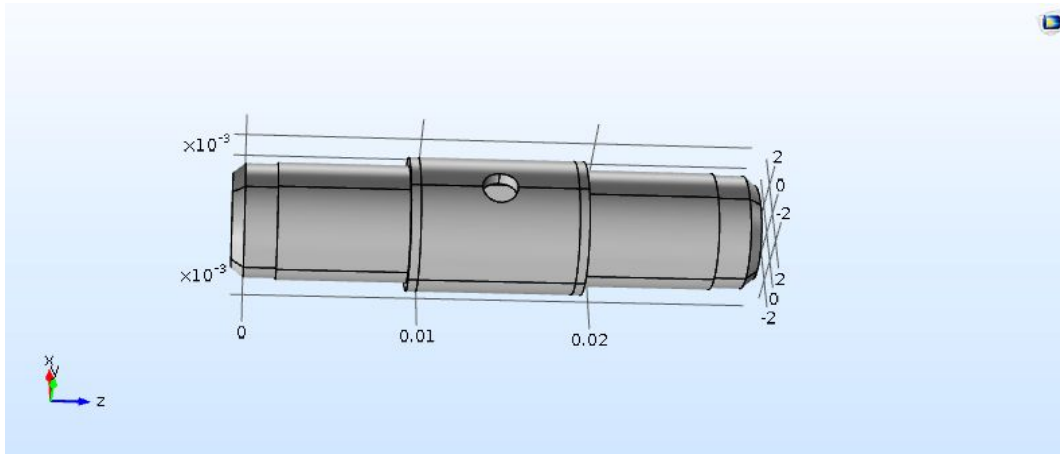


Рис. 5 Расчетная модель

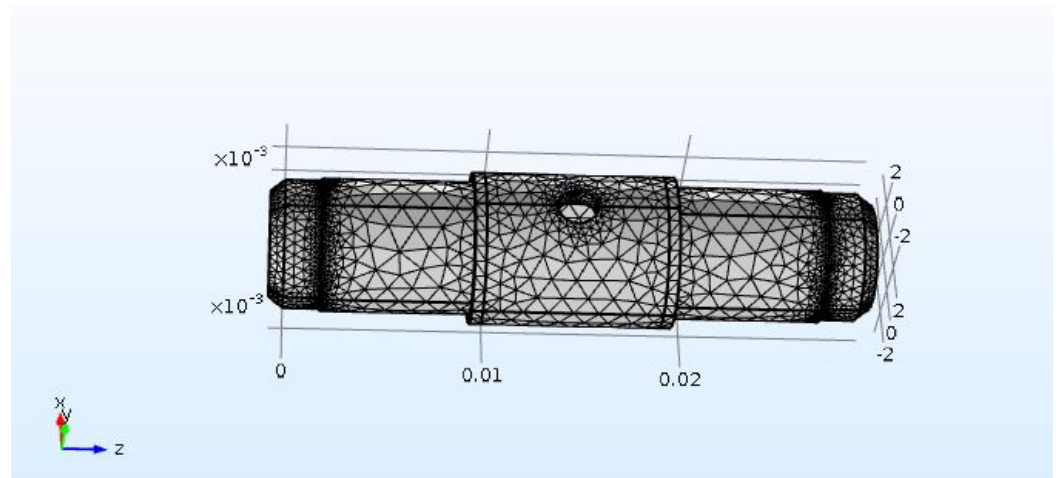


Рис. 6 Расчетная сетка

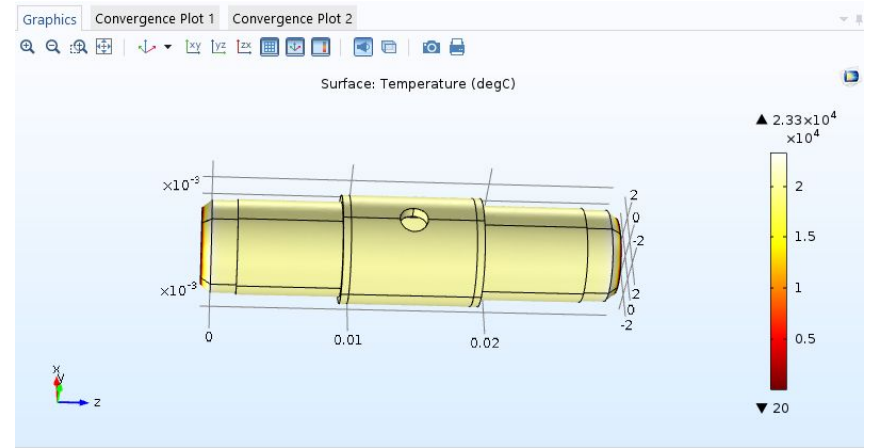
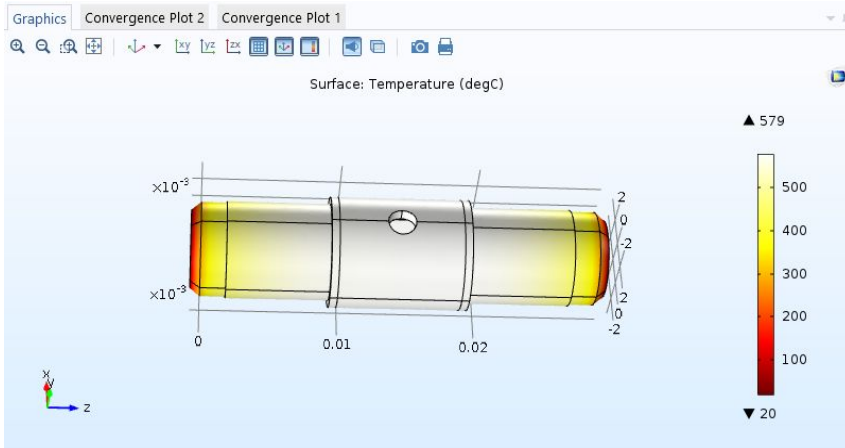
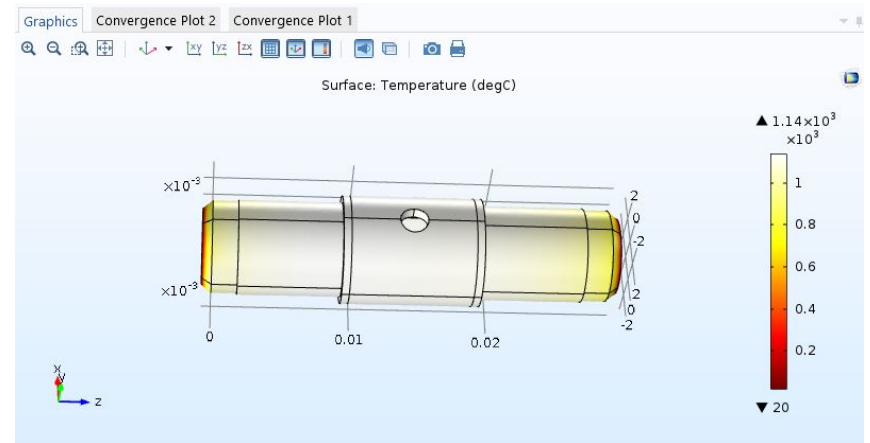
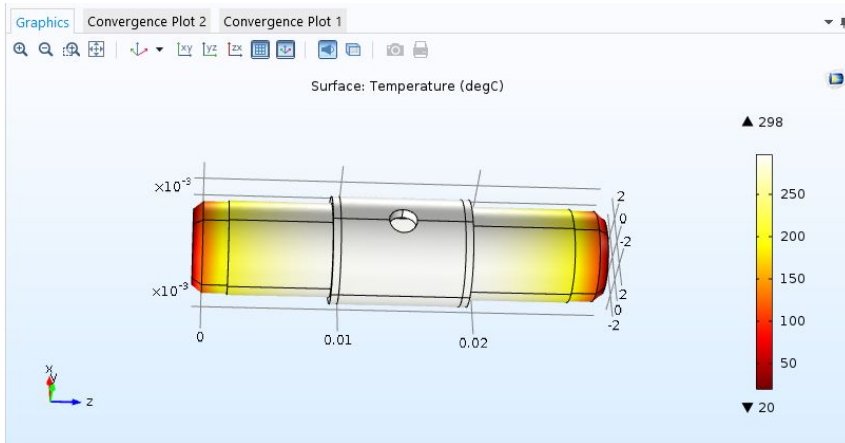


Рис. 7-10 Распределение температуры с течением времени

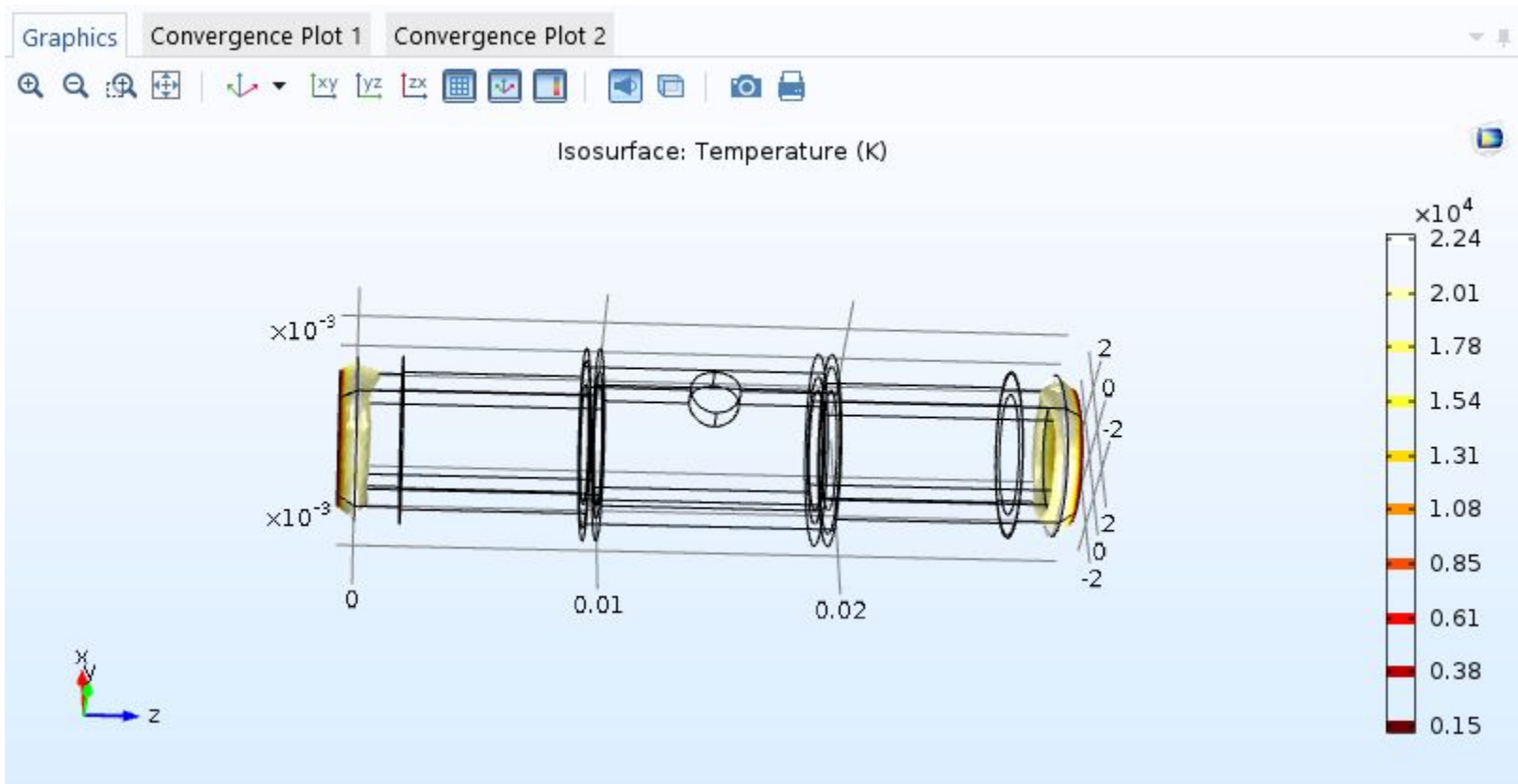
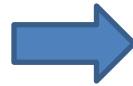


Рис. 11 Изотермичное температурное поле

Теоретический расчет

$$m_0 = 5.08 \times 10^{-13} \times \frac{MD\Delta\tilde{\nu}_D}{H(a, \omega)\gamma f} \times \frac{Z(T)}{g_1 \exp(-E_1/kT)} \times \frac{r^2}{l^2}$$



$$l = \sqrt{\frac{3^2 \times 5.08 \times 10^{-13} \times 63.5 \times 6.9 \times 0.141}{0.7 \times 0.54 \times 0.31} \times 1}$$

$$l \approx 27$$

$$l = \sqrt{\frac{3^2 \times 5.08 \times 10^{-13} \times 55.8 \times 6.5 \times 0.193}{0.59 \times 1 \times 0.55} \times 0.43}$$

$$l \approx 28$$

$$l = \sqrt{\frac{3^2 \times 5.08 \times 10^{-13} \times 27 \times 8.7 \times 0.232}{0.67 \times 0.84 \times 0.2} \times 0.35}$$

$$l \approx 25$$

Экспериментальная часть для Cu

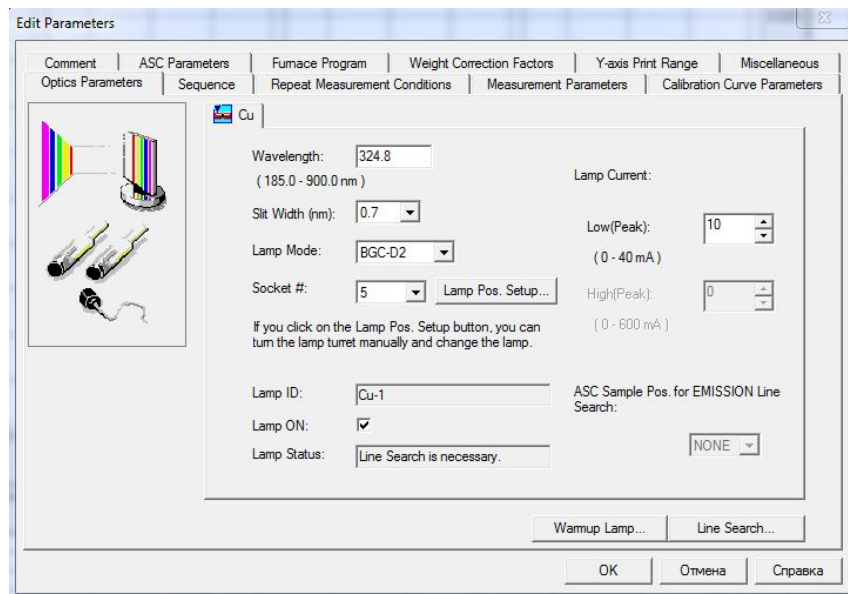


Рис. 12 Оптические параметры для Cu

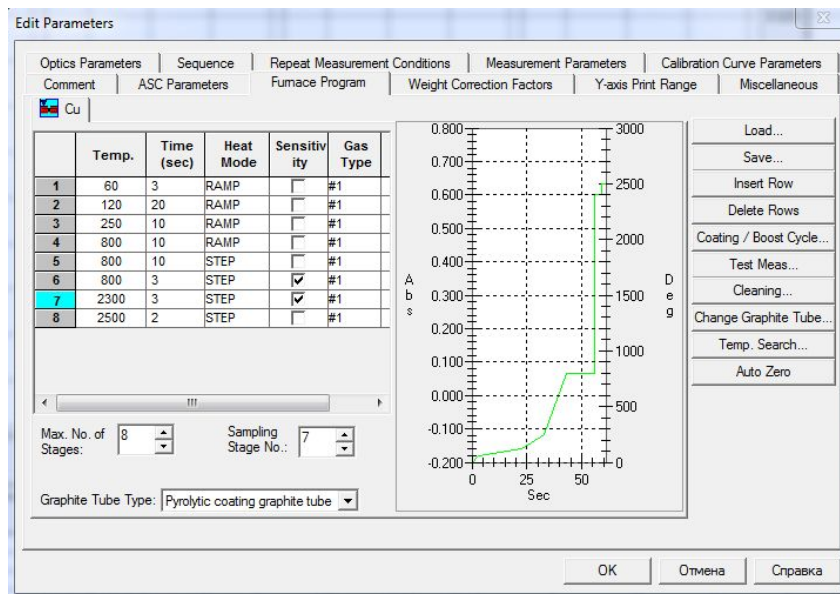


Рис. 13 Температурная программа для Cu

Результаты экспериментов для Си

№ эксперимента	Температура атомизации, °С	Концентрация, мкг/л	Сигнал абсорбции по площади
1	2100	44.56	0.4203
		44.22	0.4171
2	2200	44.4	0.4188
		44.76	0.4222
3	2300	46.24	0.437
		45.93	0.4332
4	2400	46.36	0.4375
		46.26	0.4363
5	2600	46.95	0.4428
		47.73	0.4473
6	2700	48.61	0.4584
		48.4	0.4564

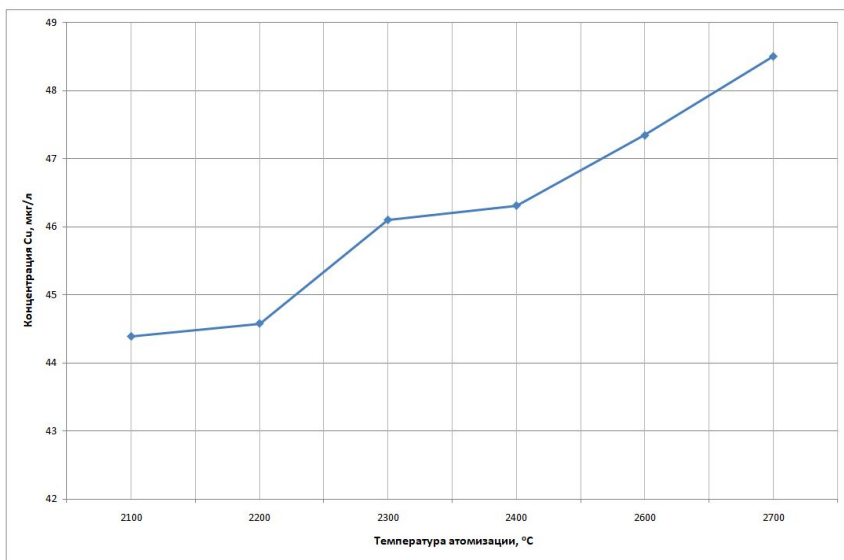


Рис. 14 Зависимость концентрации от температуры

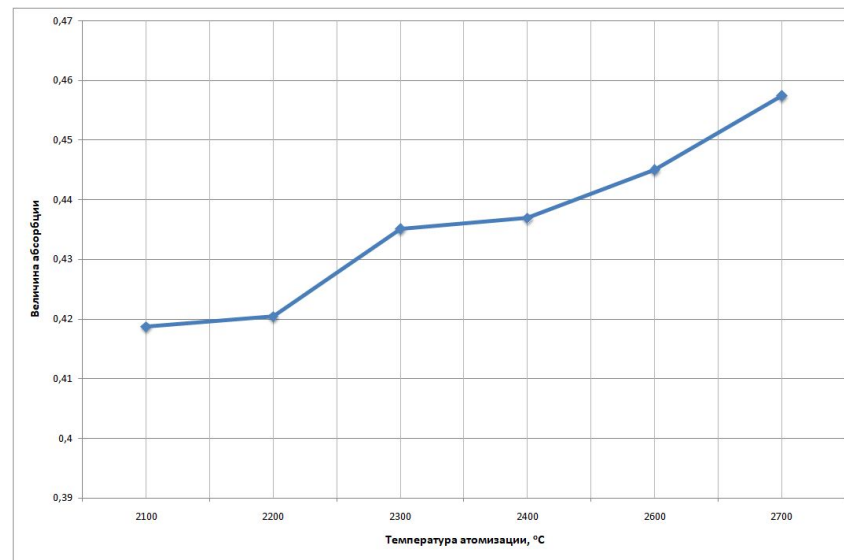


Рис. 15 Зависимость сигнала абсорбции от температуры

Экспериментальная часть для Fe

Fe

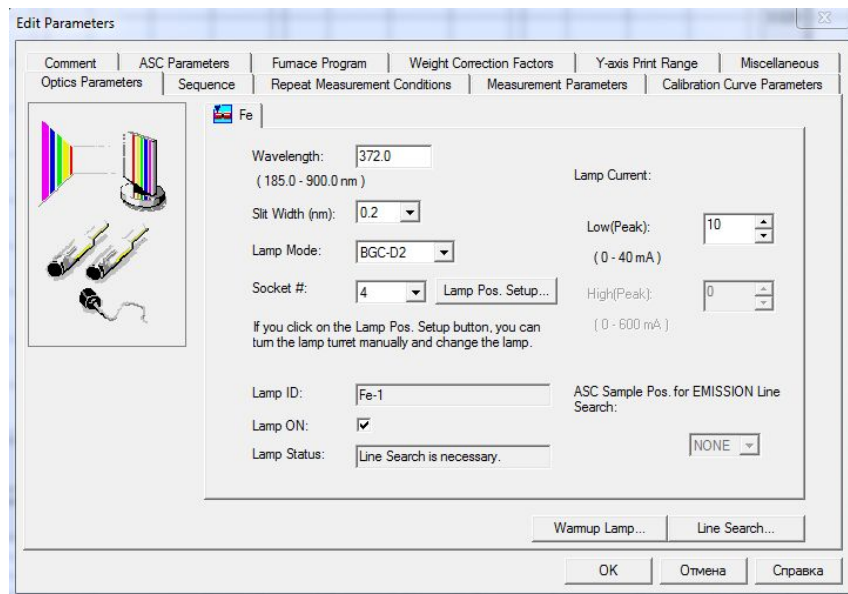


Рис. 16 Оптические параметры для Fe

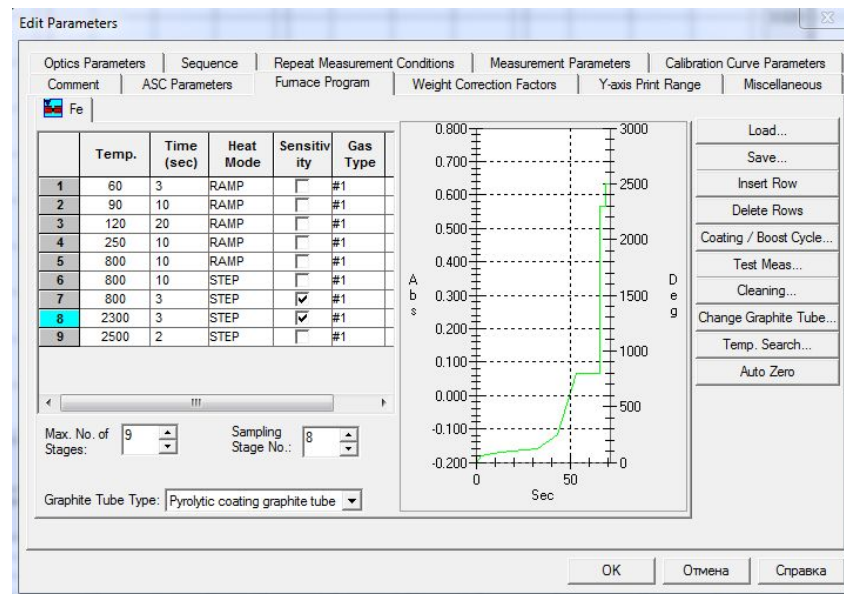


Рис. 17 Температурная программа для Fe

Результаты экспериментов для Fe

№ эксперимента	Температура атомизации, °C	Концентрация, мкг/л	Сигнал абсорбции по площади
1	2100	61.85	0.0823
		62.58	0.0833
2	2200	63.1	0.084
		64.65	0.0861
3	2300	65.24	0.0869
		64.87	0.0864
4	2400	66.05	0.088
		66.79	0.089
5	2600	67.82	0.094
		67.30	0.0897

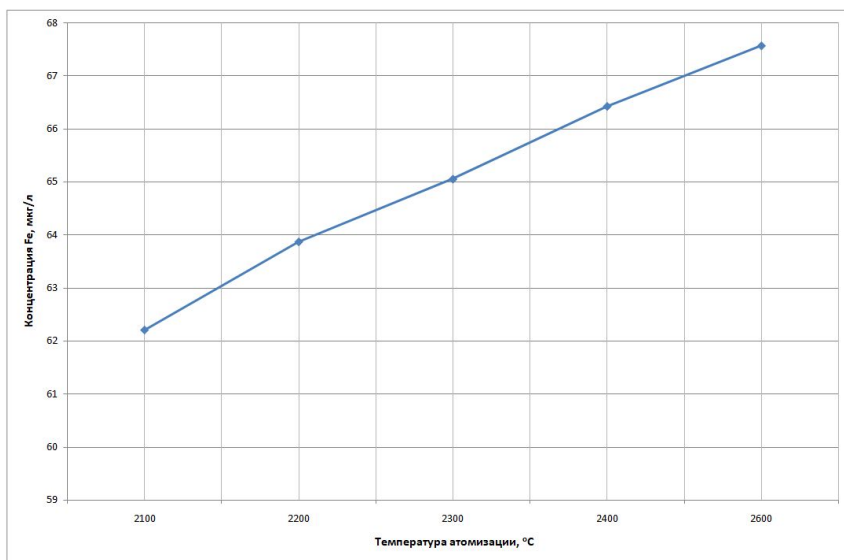


Рис. 18 Зависимость концентрации от температуры

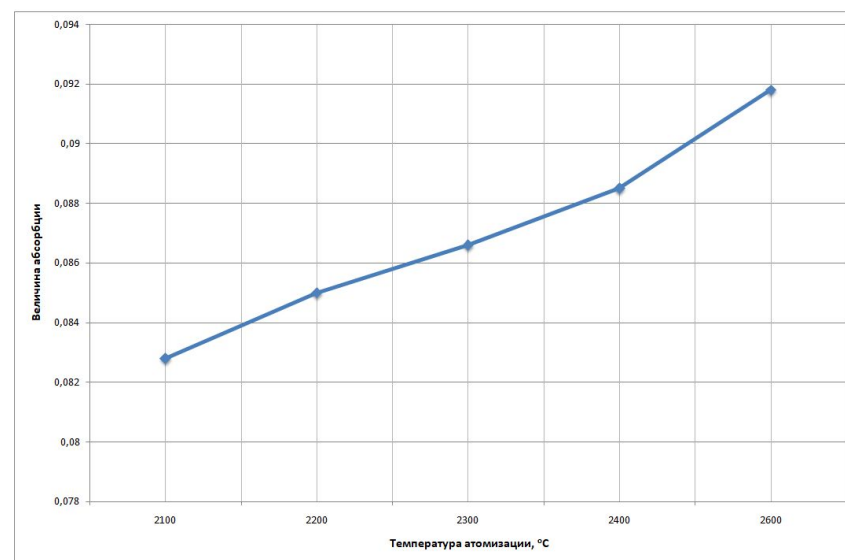


Рис. 19 Зависимость сигнала абсорбции от температуры

Экспериментальная часть для Al

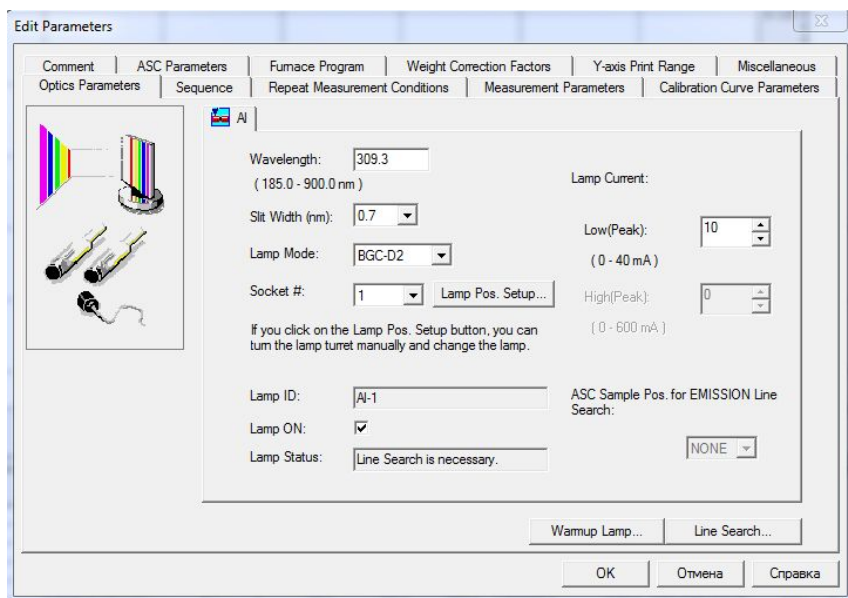


Рис. 20 Оптические параметры для Al

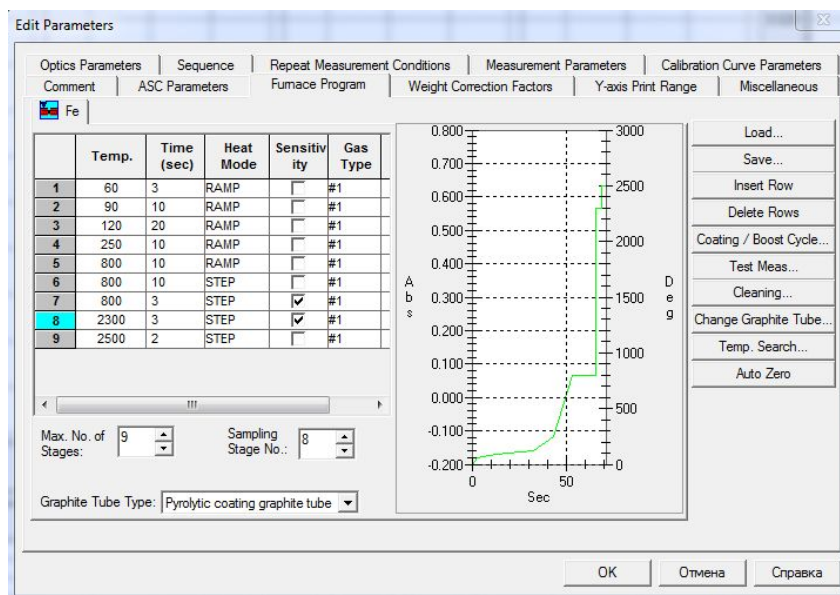


Рис. 21 Температурная программа для Al

Результаты экспериментов для Al

№ эксперимента	Температура атомизации, °C	Концентрация, мкг/л	Сигнал абсорбции по площади
1	2400	24.26	0.1282
		24.86	0.1313
2	2500	25.09	0.1325
		25.24	0.1333
3	2600	25.74	0.1359
		25.33	0.1338
4	2700	26.1	0.1378
		26.79	0.1414

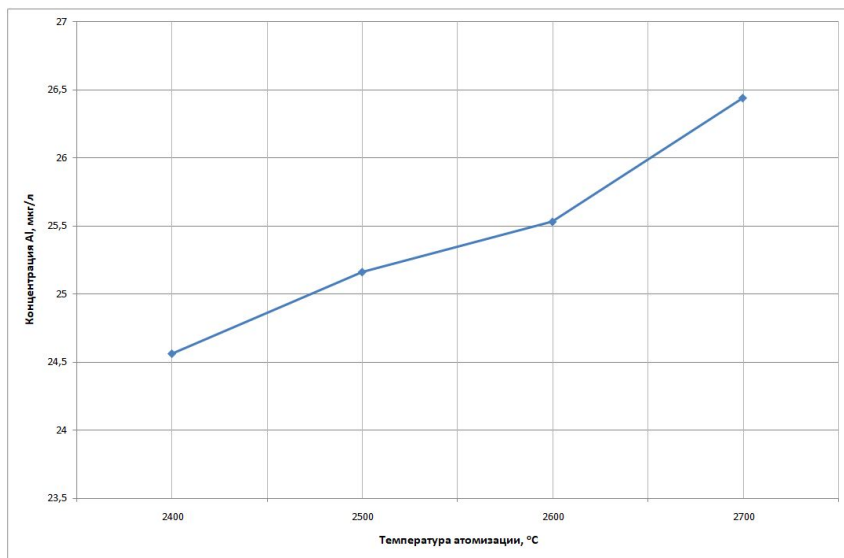


Рис. 22 Зависимость концентрации от температуры

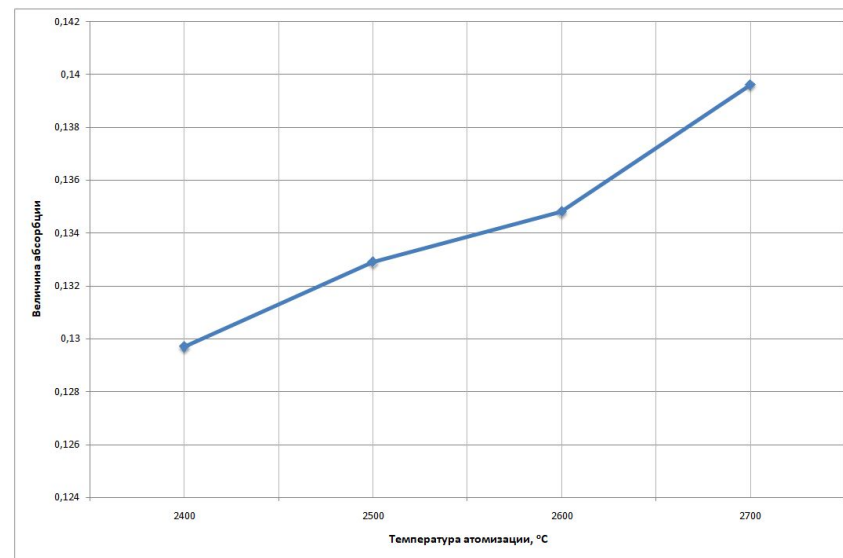


Рис. 23 Зависимость сигнала абсорбции от температуры

Заключение

- Выявлены главные недостатки электротермического нагрева трубчатой печи, главным из которого будет являться неоднородность температурного поля по длине
- В программе COMSOL Multiphysics был смоделирован нагрев графитовой печи
- Расчетным методом вычислена длина поглощающего слоя атомов
- На атомно-абсорбционном спектрофотометре AA-7000 фирмы SHIMADZU был проведен ряд экспериментов, доказывающие предположение о том, что длина температурного поля влияет на истинную концентрацию
- Можно сделать вывод о том, что температура атомизации должна быть приблизительно $+150-200$ °C от конечной, данной в библиотеке программы

Апробация работы

- “Будущее Арктики начинается здесь II”, 2018
- “Будущее Арктики начинается здесь III”, 2019
- Межрегиональной научно-технической конференции молодых ученых, специалистов и студентов вузов, 2018

Основные источники литературы

1. Атомно-абсорбционный анализ: Учебное пособие. — Издательство “Лань”, 2011. — 304с.
2. В. Славин. Атомно-абсорбционная спектроскопия. «Химия», Л., 1971.
3. Львов, Борис Владимирович. Атомно-абсорбционный спектральный анализ - Москва: Наука, 1966. - 392 с.
4. A continuum source vs. line source on the way toward absolute graphite furnace atomic absorption spectrometry / Boris V.L'vov // Spectrochimica Acta Part B 54, 1999.
5. И другие