

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

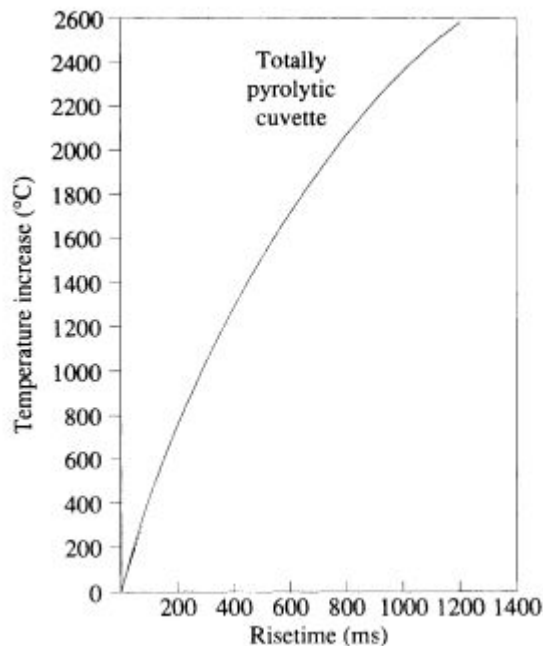


Рис. 2 Нагрев графитовой печи

## 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  $1300^{\circ}\text{C}$ .

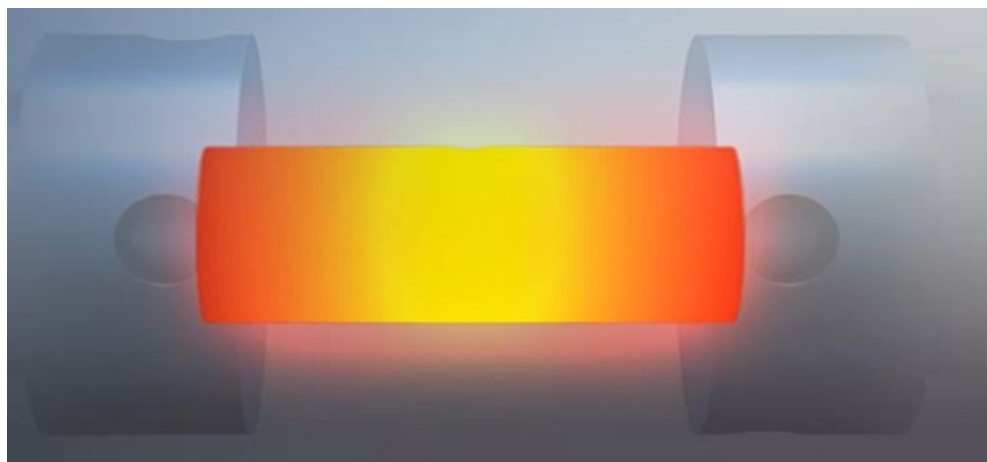


Рис. 3 Распределение температурного поля вдоль графитовой печи

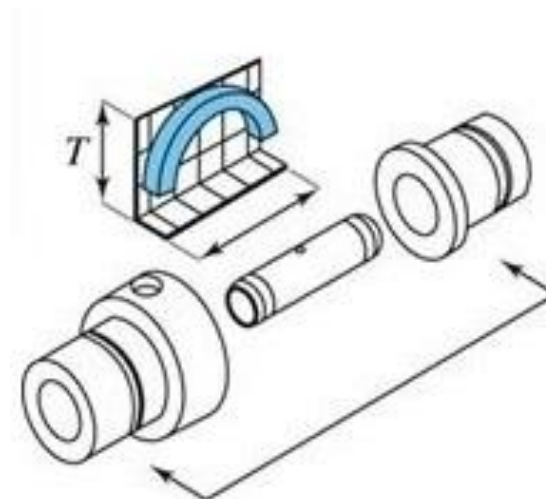


Рис. 4 Градиент температуры

# 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

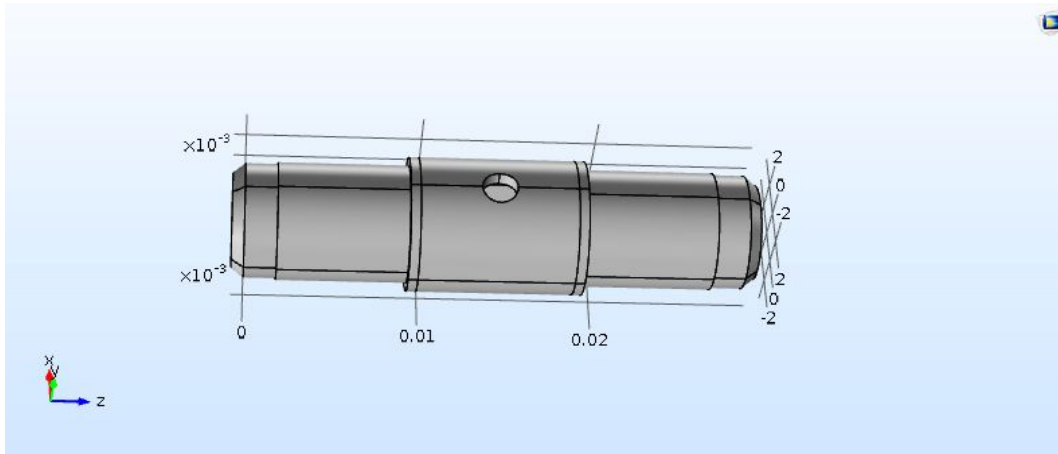


Рис. 5 Расчетная модель

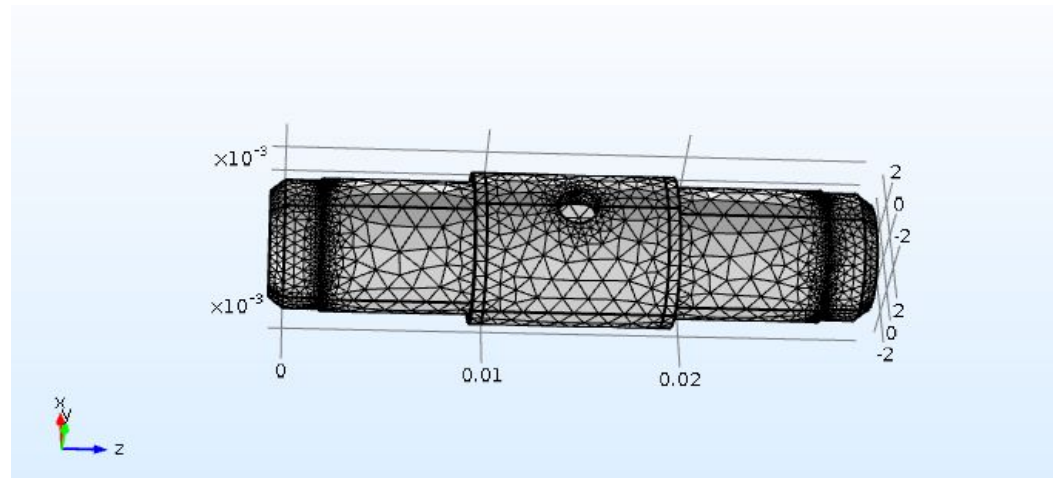


Рис. 6 Расчетная сетка

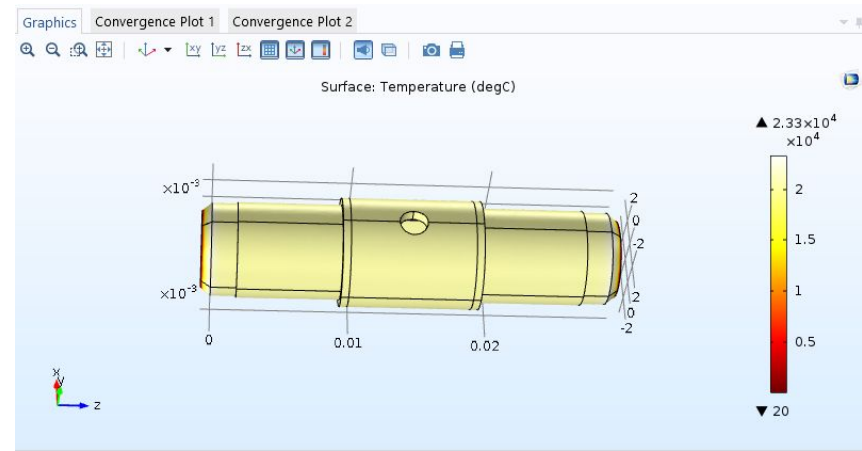
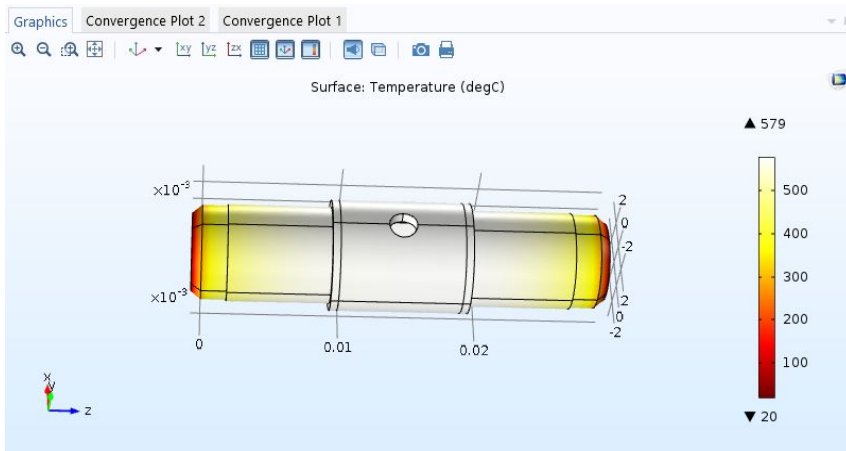
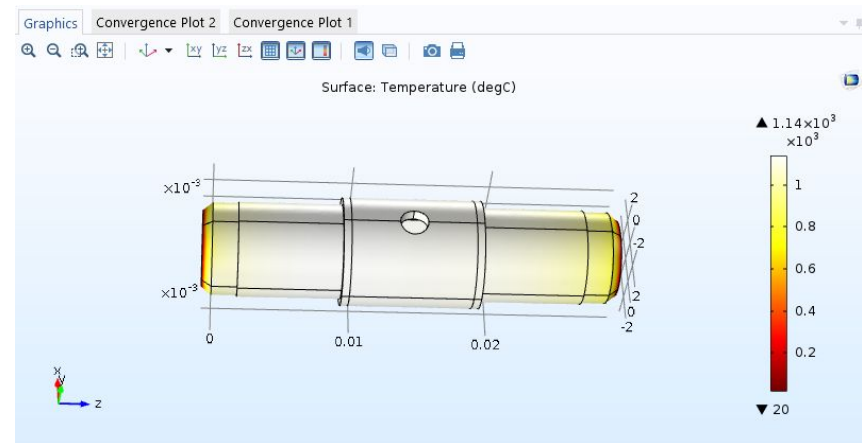
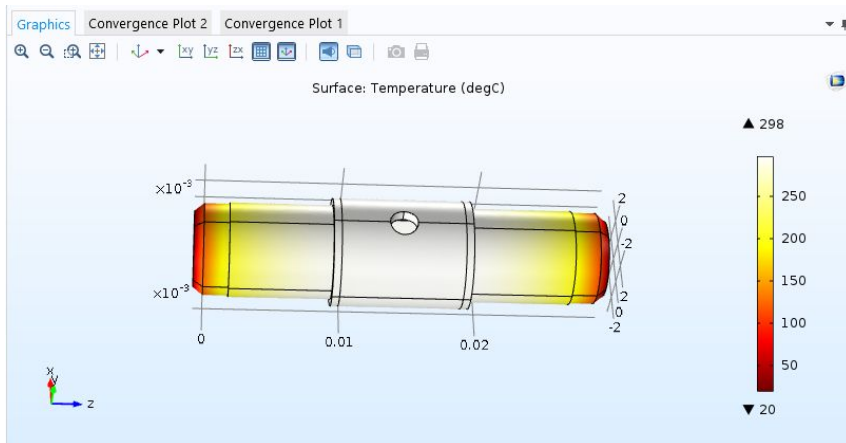


Рис. 7-10 Распределение температуры с течением времени



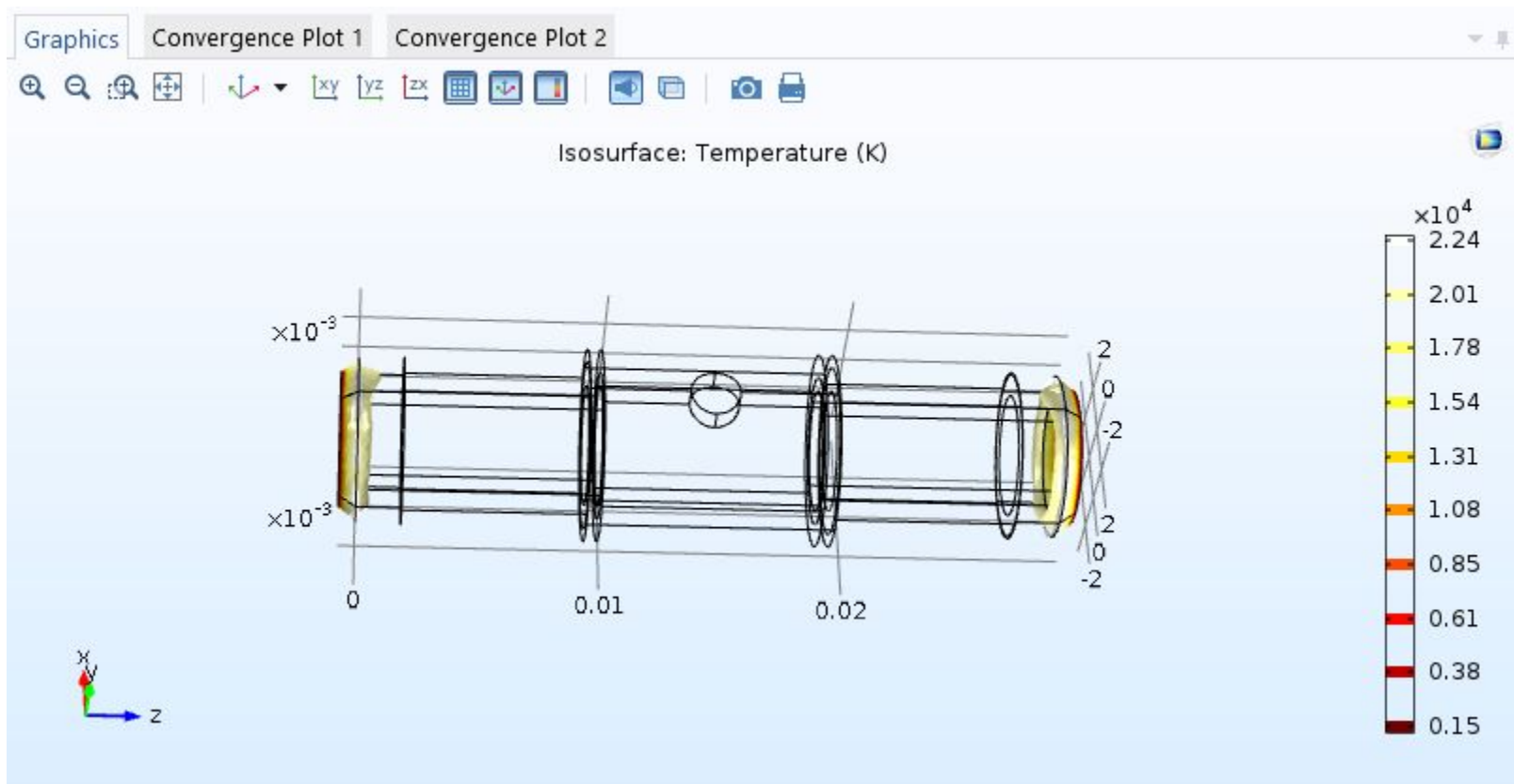
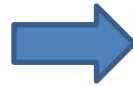


Рис. 11 Изотермичное температурное поле

# 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

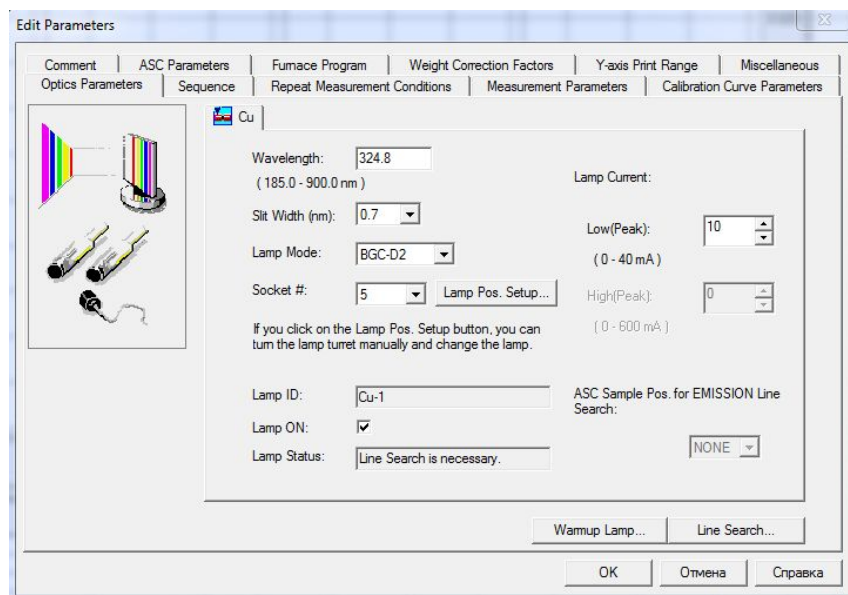


Рис. 12 Оптические параметры для Cu

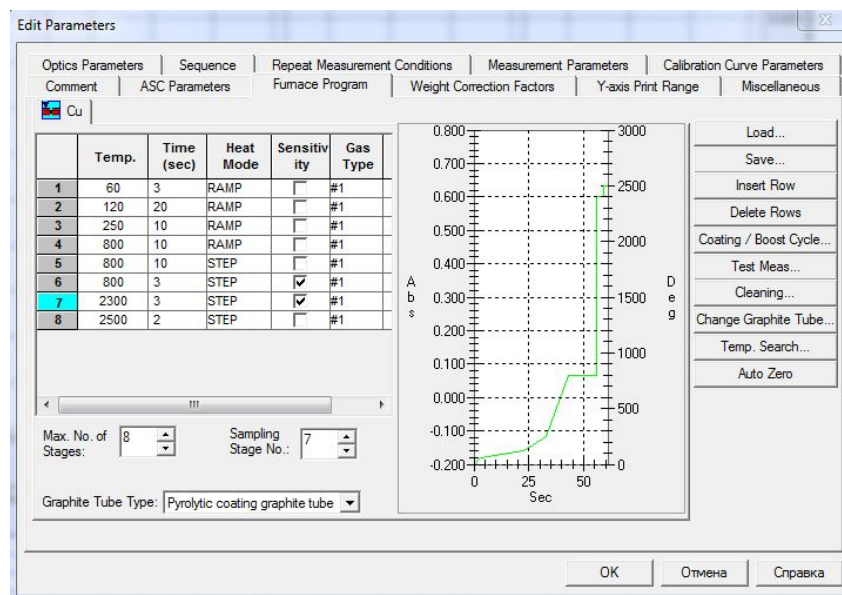


Рис. 13 Температурная программа для Cu

# 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

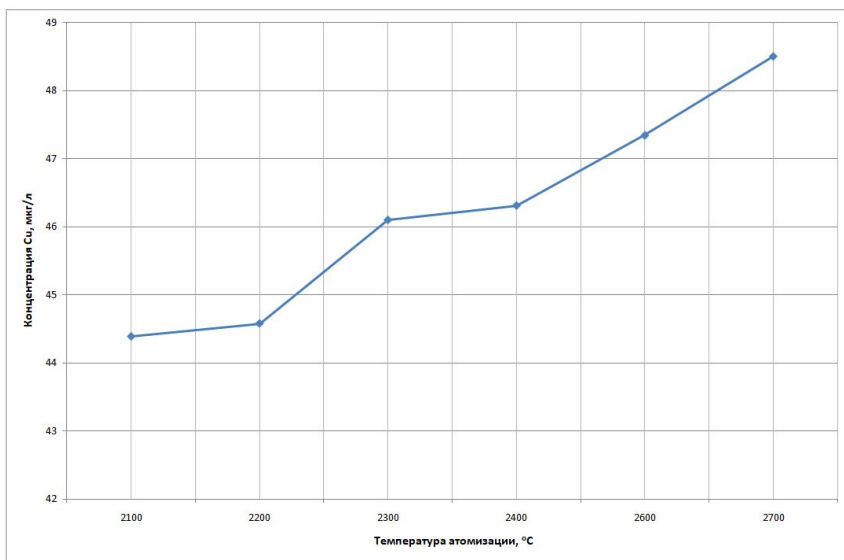


Рис. 14 Зависимость концентрации от температуры

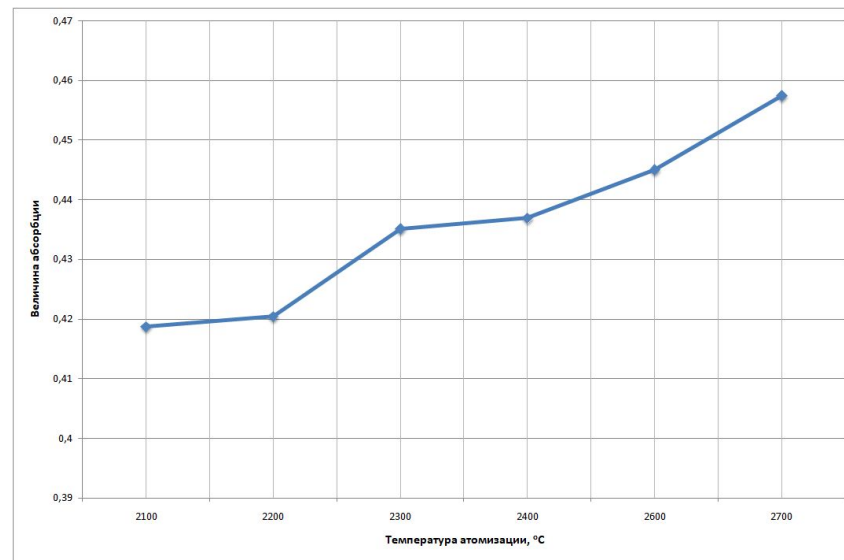


Рис. 15 Зависимость сигнала абсорбции от температуры

# Экспериментальная часть для Fe

## Fe

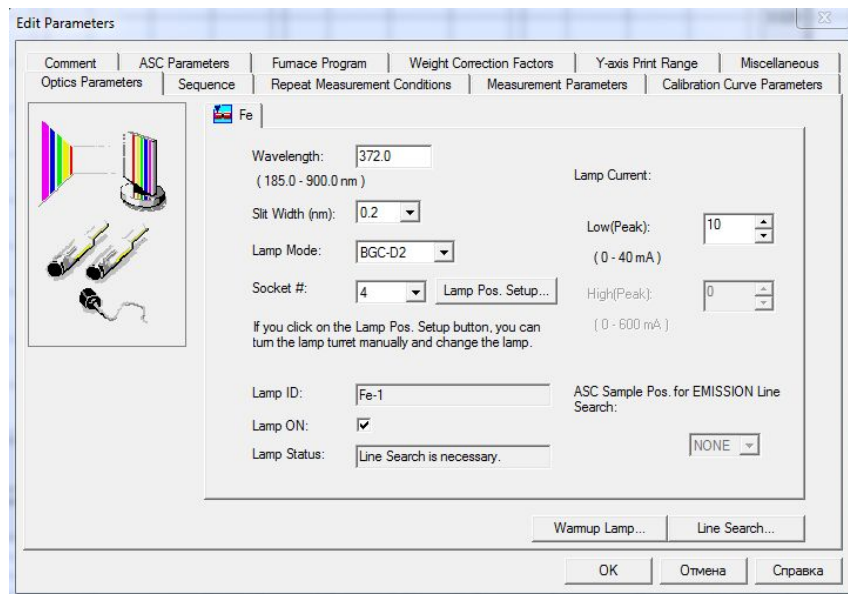


Рис. 16 Оптические параметры для Fe

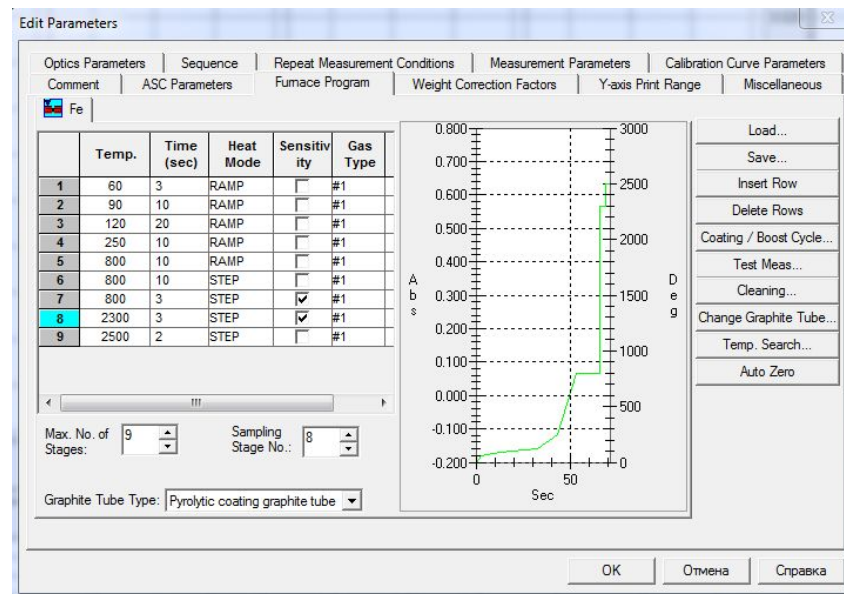


Рис. 17 Температурная программа для Fe

# 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

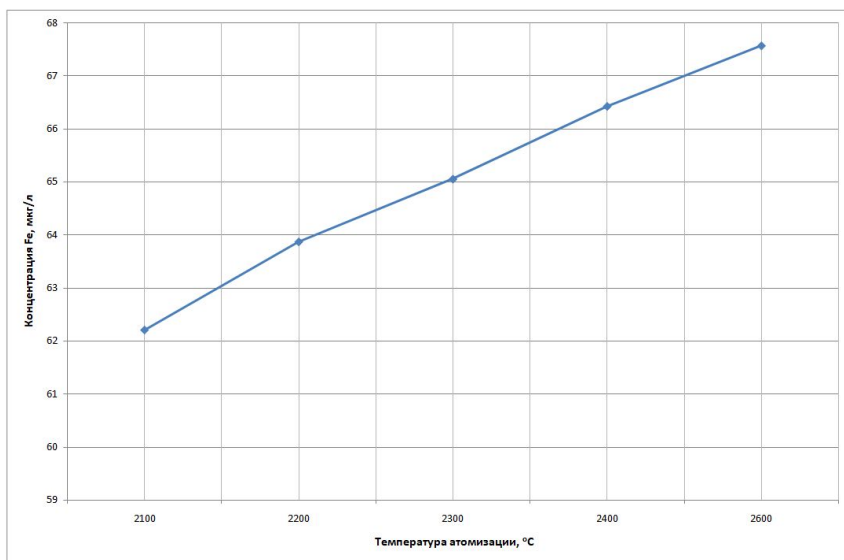


Рис. 18 Зависимость концентрации от температуры

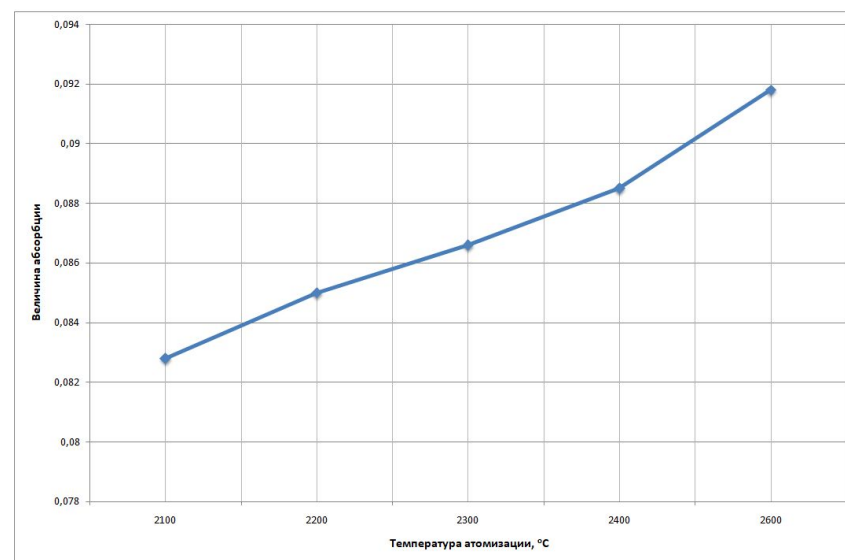


Рис. 19 Зависимость сигнала абсорбции от температуры



# Экспериментальная часть для Al

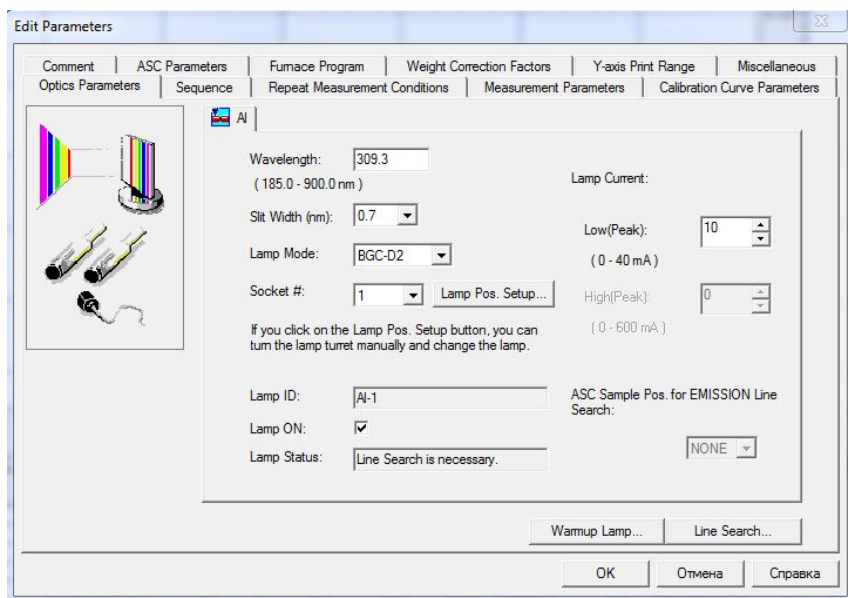


Рис. 20 Оптические параметры для Al

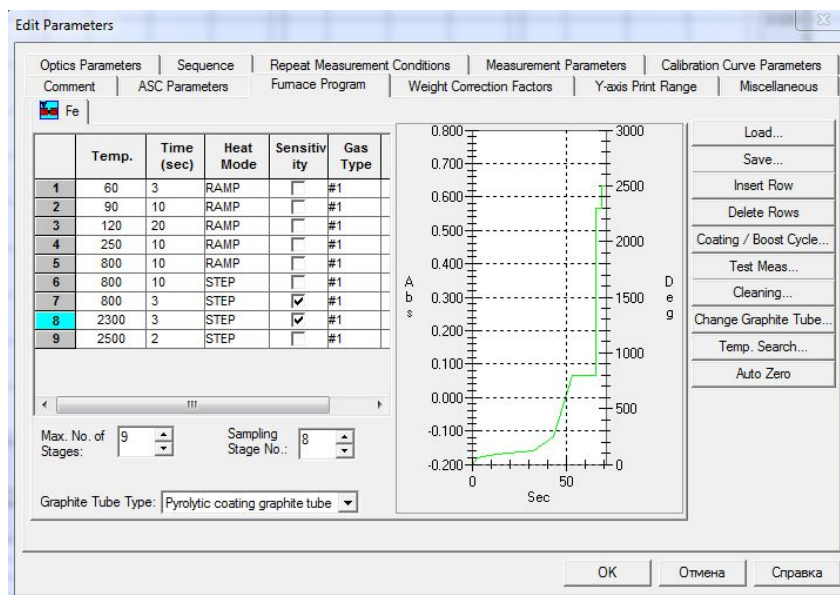


Рис. 21 Температурная программа для Al

# 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

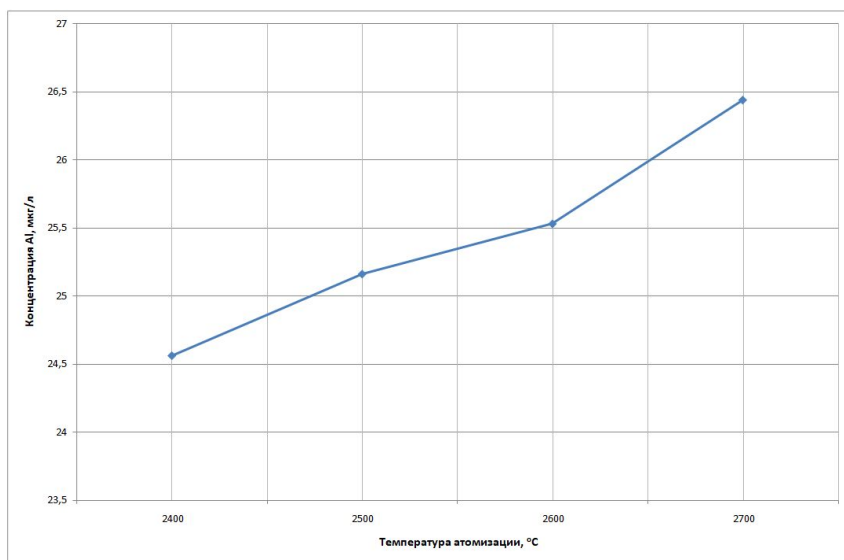


Рис. 22 Зависимость концентрации от температуры

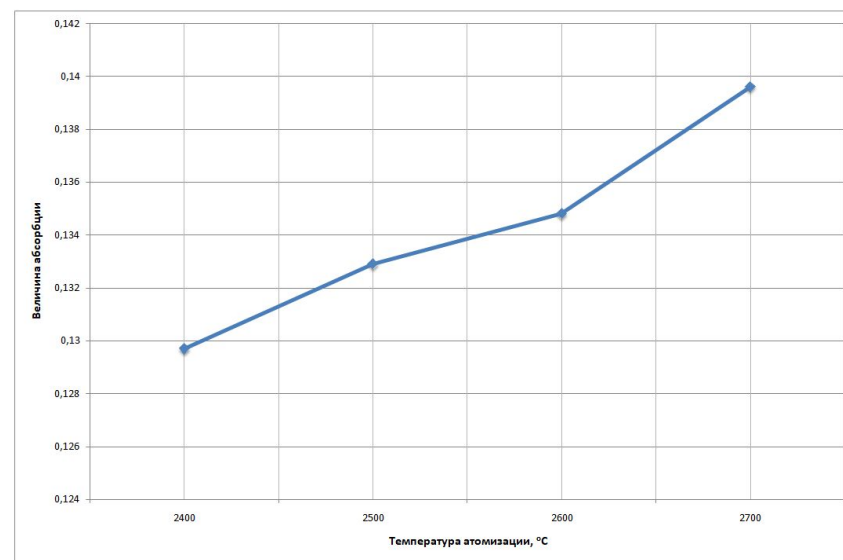


Рис. 23 Зависимость сигнала абсорбции от температуры

# 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 // SpectrochimicaActa Part B 54, 1999.
5. И другие