

文章编号: 0254- 5357(2002)04- 0284- 03

等离子体光谱进样系统乙醇溶液的雾化特性

辛仁轩¹, 王建晨¹, 宋崇立¹, 宋旭文², 鲁毅强²

(1. 清华大学核能技术研究院, 北京 100084; 2. 北京科技大学化学系, 北京 100083)

摘要: 实验研究了固定交叉雾化器和玻璃圆筒形雾室所组成的进样装置对乙醇水溶液进样时的雾化进样特性, 测试了乙醇水溶液体系的物性参数, 以及乙醇对试液的提升量、雾化率和分析物进样率。

关键词: 等离子体光谱仪; 进样系统; 乙醇; 雾化性能; 物理性能

中图分类号: TG115. 339; O657. 31

文献标识码: A

雾化进样装置是等离子体(ICP)光谱仪的关键部件^[1,2], 在雾化含有有机溶剂样品时其进样特性发生明显变化, 最终会影响等离子体的稳定性和分析性能^[3~5]。本文研究了气动交叉雾化器装置雾化进样乙醇溶液时的试液提升量、雾化率、分析物进样率, 并测试了影响雾化性能的试液物性(粘度、表面张力、密度)。

1 仪器与主要试剂

TN- 1 型气动交叉雾化器, Scott 玻璃圆筒形雾室, 直径 35 mm, 内装扰流片(美国 Jarrell- Ash 公司产品)。等离子体光谱仪 J- A2000(美国 Jarrell- Ash 公司产品)。SYB- J 型输液泵(国营青云仪器厂)。LK- 01 型流量控制器(北京自动化仪表四厂)。毛细管玻璃粘度计。TZHY- 180 界面张力仪(河北承德试验机厂)。

乙醇: 分析纯。钼标准储备液: 2 000 mg/L, 0.5 mol/L HCl 介质。

2 实验与结果

2.1 乙醇水溶液物性参数

由于试液的提升量、雾化率等雾化特性受物性参数的影响, 因此首先测定了乙醇浓度对物性的影响。密度用 5 mL 比重瓶测定, 粘度测量采用玻璃

毛细管粘度计, 用界面张力仪测量表面张力。测量结果见图 1。图 1 显示, 随着乙醇浓度的增加, 试液的密度缓慢减少, 表面张力单调地降低, 而粘度则约在 $\varphi=50\%$ 乙醇时达到最大值。

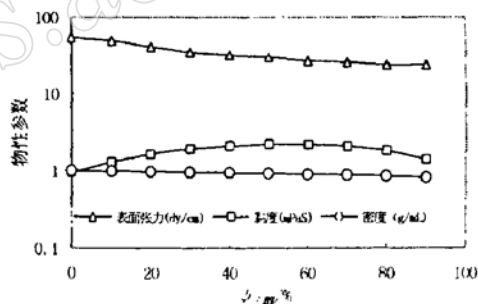


图 1 乙醇浓度和试液物性的关系

Fig. 1 Relationship between ethanol concentration and physical performance of testing solutions

2.2 雾滴直径的计算

根据测出的试液物性参数可计算出该溶液的雾化雾滴直径。表 1 是用 Nukiyama Tanasawa 公式^[4]算出的不同乙醇浓度对雾滴直径的关系。表 1 表明, 乙醇浓度适当增加可减小雾滴直径, 而较小的雾滴直径有利于气溶胶在等离子体中的去溶剂和原子化。但由于乙醇浓度对黏度的影响是非线性的(参看图 1 黏度曲线), 故高于 $\varphi=70\%$ 的乙

收稿日期: 2002-03-13; 修订日期: 2002-06-10

基金项目: 国家自然科学基金资助(D10187)

作者简介: 辛仁轩(1939-), 男, 山东青岛市人, 教授, 主要从事光谱分析的研究和应用。

醇浓度使雾滴直径增加。计算所用条件为: 载气压力 0.18 MPa, 载气流量 0.4 L/min, 毛细管半径为 0.3 mm。

表1 乙醇浓度对雾滴直径的影响

Table 1 Effect of ethanol concentration on droplet diameter

$\varphi_{\text{乙醇}}/\%$	$d_{\text{雾滴}}/\mu\text{m}$	$\varphi_{\text{乙醇}}/\%$	$d_{\text{雾滴}}/\mu\text{m}$
0	100.5	50	56.8
10	78.7	60	56.3
20	68.2	70	59.2
30	60.7	80	64.8
40	57.2	90	82.4

2.3 乙醇对雾化进样系统特性的影响

试液物性的改变将改变雾化进样系统的雾化率、提升率及分析物进炬率, 实验测定了在载气压力 0.16 MPa、试液流量 0.4 L/min 条件下, 乙醇对这三个参数的影响。用雾化 5.0 mL 乙醇-H₂O 试液所需时间计算试液提升量; 用 ICP 光谱法测量雾化试液时雾室排出的废液中 Eu 量(用加热赶掉乙醇, 酸溶后测定), 或雾室出口排出气溶胶的 Eu 量计算雾化效率; 单位时间雾室出口排出的 Eu 量($\mu\text{g}/\text{min}$) 即为分析物进炬率, 雾化进样量为 5 mL (2 mg/mL) Eu 标准溶液, 结果见图 2。应该指出, 两种测量效率的方法所得的结果不一, 用废液法的结果为另一方法的 2~3 倍, 但其趋势是相似

的。

图 2 表明, 引入 $\varphi=50\%$ 乙醇有较低的提升率, 但却有较高的雾化效率, 两者综合结果使分析物进炬速率随乙醇浓度的增加而缓慢地增长, 因而乙醇有助于提高进样系统的效率。

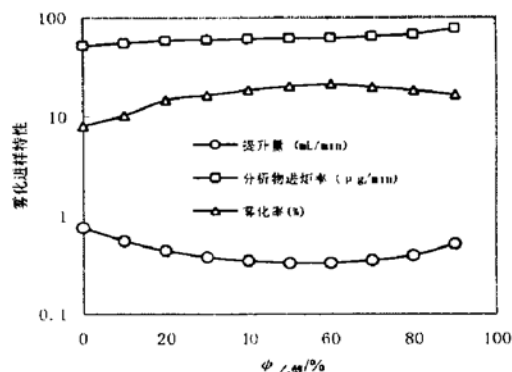


图2 乙醇浓度和雾化进样特性的关系

Fig. 2 Relationship between ethanol concentration and nebulization performance

载气压力 0.16 MPa, 试液流量 0.4 L/min。

2.4 载气压力的影响

载气压力(流量)对雾化进样有重要影响。试验了载气压力在 0.16~0.22 MPa 变化时的影响, 进样系统的特性参数如表 2 所示。结果表明, 增加载气压力虽然提高了试液提升量, 但却降低了雾化率, 综合效应是提高了分析物进炬率。

表2 载气压力的影响

Table 2 Effects of carrier gas pressure

$p_{\text{载气}}/\text{MPa}$ carrier gas pressure	提升量/($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$) uptake rate			雾化率/% nebulization efficiency			分析物进炬率/($\mu\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$) velocity of analyte into torch		
	水	4% 乙醇	20% 乙醇	水	4% 乙醇	20% 乙醇	水	4% 乙醇	20% 乙醇
0.16	1.11	0.92	0.52	2.34	4.02	10.00	26	37	52
0.18	1.25	1.11	0.80	2.32	3.60	8.75	29	40	70
0.20	1.36	1.20	0.82	2.28	3.50	8.65	31	42	71
0.22	1.64	1.46	0.98	2.20	3.29	8.37	36	48	82

2.5 两种雾化效率测量方法的比较和讨论

雾化率的测量有多种, 笔者试验了气溶胶吸收法和废液差减法两种, 实验比较了这两种方法测量乙醇溶液雾化率的结果。气溶胶吸收法的测量过程为: 在雾室出口处接一带烧结玻璃砂的分散器,

将分散器浸入 0.5 mol/L HCl 吸收液中收集气溶胶, 该法类似于 Smith 的过滤收集法(filter collection)^[6], 同废液差减法相比, 前法显著偏低(见图 3), 其原因可能是玻璃砂分散器阻碍了雾化气的流通, 改变了雾化器的工作状态。另外, 气溶胶的完

全吸收也难保证。废液差减法的操作应确保雾室及炬管吸附的分析物完全清洗下来,其结果应能代表雾化效率。

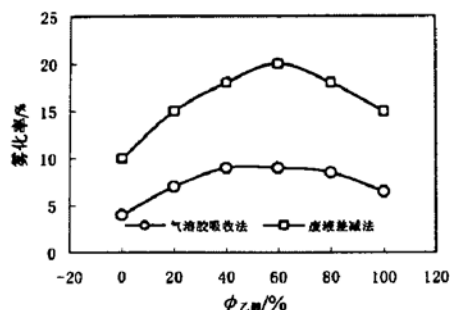


图3 雾化率测量方法的比较

Fig. 3 Comparison of methods for determination of nebulization efficiency

3 结论

研究了 ICP 光谱仪气动雾化进样装置雾化有机溶剂(乙醇)的性能,结果表明,水溶液中增加乙醇浓度将增加试样黏度,降低密度和表面张力,增

加了试样提升量和分析物进炬速率。

4 参考文献

- [1] Sharp B L. Pneumatic Nebulizers and Spray Chambers for Inductively Coupled Plasma Spectrometry A Review [J]. *J Anal At Spectrum*. 1988, 3(5): 613—652
- [2] Dubuisson D, Poussel E, Todoli J L. Effect of Sodium During the Aerosol Transport and Filtering in ICP-AES [J]. *Spectrochimica Acta*. 1998, 53B: 593—600.
- [3] 辛仁轩. 有机试剂 ICP 光谱技术的发展[J]. 分析化学. 1984, 12(8): 787—792.
- [4] 杨金夫, 曾宪津, 黄本立. 乙醇溶液的电感耦合等离子体发射光谱研究[J]. 中国稀土学报. 1992, 10(1): 31—35.
- [5] Akbar Montaser, Golightly D W. Inductively Coupled Plasmas in Atomic Spectrometry (Second Edition) [M]. New York: VCH, 1992. 224.
- [6] Smith D D, Browner R F. Measurement of Aerosol Transport Efficiency in Atomic Spectrometry[J]. *Anal Chem*. 1982, 54(3): 533—537.

Study on Performance of Sample Introduction System for an Ethanol-loaded Inductively Coupled Plasma

XIN Ren-xuan¹, WANG Jian-chen¹, SONG Chong-li¹
SONG Xu-wen², LU Yi-qiang²

(1. Institute of Nuclear Energy Technology, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

2. Department of Chemistry, Beijing University of Science and Technology, Beijing 100083, China)

Abstract: The effects of ethanol concentration on physical performances and nebulization characteristics in an ethanol-loaded inductively coupled plasma system were studied. The sample introduction system was composed of a cyclone spray chamber and a cross-flow nebulizer. The viscosity, surface tension and density for ethanol sample solution were examined. The experimental results showed that the velocity of sample aerosol into torch was increased when the ethanol was added into sample solution. It could improve analytical performance.

Key words: sample introduction system; inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-AES); ethanol; physical performance; nebulization characteristics