

新型ICP光源雾化器喷口的工艺讨论

中国地质科学院矿床地质研究所 樊天益

雾化器是ICP光源重要组成部分,本文重点讨论气动玻璃同心雾化器两喷口截面积和研制工艺。

ICP光源的检出限在很大程度上是由雾化器的性能决定的,雾化器的性能可用雾化效率来表示,即引进的样品溶液转化为气溶胶的百分数。根据国内外资料,雾化效率最高可达12—25%⁽¹⁾。ICP光源另一个影响检出限的因素是载气的流量。调节载气流量是做到气溶胶均匀喷射和提高雾化效率的一个重要条件。载气流量越大气溶胶向雾化室喷射速度越大,因而气溶胶在灯炬中停留的时间随速度增加而减少,从而降低了谱线强度和分析灵敏度⁽¹⁾如用雾化效率和检出限来衡量,超声波雾化器比较理想,雾化效率可达25%,对ICP光源极为有利。但超声波雾化器比气动雾化器在结构上要复杂得多,不易自制,成本也高,操作也不方便。

气动玻璃同心雾化器的形状、结构都大同小异,只是毛细管直径有些差异。氩气通过狭窄的喷口喷出,产生一负压,即能提升溶液,提升量与氩气流量有关;微滴直径的分布与毛细管喷口面积载气喷出口面积、两喷口的几何形状和相对位置有关,都会直接影响到检出限,精度和雾化效率。气动玻璃雾化器制作工艺简单,操作方便,易推广。

首先将毛细管的直径固定后,选择好毛细管喷口面积和载气喷口面积之比(K值),则根据圆面

积的合式可以推导出下列公式,以求得载气喷口的半径(R):

$$R = \left[\frac{1}{K} r^2 + (r + D)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

R 载气喷口半径(毫米)
K 毛细管喷口面积与载气喷口面积比
D 毛细管喷口壁厚(毫米)
毛细管喷口半径(毫米)。

按以上公式所制成的雾化器,经多次试验认为毛细管喷口面积:载气喷口面积=1:0.65为最佳。毛细管喷口内直径在0.21—0.28毫米之间;氩气喷口内直径在0.40—0.53毫米之间。毛细管喷口和氩气喷口之间的间隙以0.025毫米为宜,毛细管喷口壁厚0.06—0.08毫米。

载气流量、氩气的工作压力及溶液提升量直接影响灵敏度和检出限、根据国内资料一般氩气工作压力为1.1—2.0kg,载气流量0.7—1.3升/分,工作压力400—800mm水柱,溶液提升量2.5—3.0ml,喷出雾粒直径2—100 μ m⁽¹⁾⁽²⁾。

雾化器制作工艺

选材:雾化器材料都应选择工艺操作方便,玻璃质量好,化学稳定性和热稳定性好,热膨胀系数在 $32 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ — $41 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 的硬质玻璃制作为宜⁽³⁾。

工艺：雾化器有两种形式其一是平口型，二是凹口型，主要工艺基本相同、简述如下：

一、毛细管内喷口拉制方法：

取一根 $\phi 10$ 毫米玻管，用大火在适当位置烧软加厚拉制成 $\phi 2.5-3$ 毫米玻管，截取100毫米④改用最大火焰将玻管两端拉丝，当即封闭两丝口，用极小火焰烧一端至玻体软化，由于气体膨胀使软化部分突然变大，迅速将毛细管撤离火源拉出尾丝，这一动作在刹那间完成，拉出的尾丝要圆而同心，然后在显微镜下找出适当位置用医用砂片切去余料，用砂纸或砂磨平，研磨时防止将喷口堵塞。在环形封接部位吹一个小球⑥。见图2。

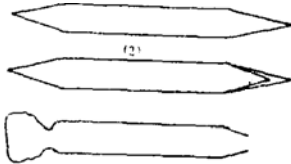


图 1

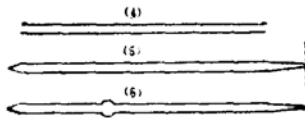


图 2

二、载气喷口拉制方法：

取一根 $\phi 6.5$ 毫米玻管、两端拉丝①其中一端拉成锥形厚丝②，在适当位置裁去余料，用研磨机磨平（用1000—1200号金钢砂），然后将磨料清洗烘干，用煤—空气火焰进行热抛光。见图1。

三、装配器：为使两喷口焊接后在一平面上，需要有较适合的装配器。装配器是有水平内管⑦（用8毫米玻棒一端烧成实心半球状，磨平抛光）和外套管⑧组成。见图3。

四、封接：

1. 将已拉制研磨好的毛细管利用上述公式制做出氩气喷口。用纸条裹紧水平内管并装入外套管⑧，再将管③用纸裹紧插入外套管另一端，管③插入管⑧内，并使两喷口紧贴在水平管的球状平面上⑨，用环形封接方法封接成⑩，用加热法将内喷口调到载气喷口同心点上。

2. 管②的余料不裁去，另一端开口，将管⑥插入管②成⑪，用环形封接法将内外管封接起来，最后切去余料磨平洗净烘干即成⑫。

各元素的检出限 表 1

元 素	分析线	检出限 ($\mu\text{g/ml}$)	元 素	分析线	检出限 ($\mu\text{g/ml}$)
Ba	4554	<0.001	La	3988	0.01
Sr	4077	<0.001	Eu	3820	0.005
Bc	3130	0.01	Gd	3422	0.03
Ti	3372	0.003	Tb	3509	0.01
Cu	3247	0.01	Ho	3456	0.005
Cr	2843	0.001	Er	3692	0.01
Mn	2593	0.003	Y	3710	0.003
Yb	3289	0.03	Tm	3462	0.01
Co	3453	0.01	Dy	3645	0.01
Ga	2943	0.005	Lu	3507	0.02
Mo	3798	0.03	Pt	2998	0.3
Nb	3163	0.03	Hf	2820	0.01
Ni	3414	0.03	Ir	3220	0.15
Pd	3242	0.03	Ce	3577	0.2
Rh	3434	0.03	Pr	4368	0.1
Ru	3498	0.03	Nd	4061	0.1
V	2924	0.03	Sm	3609	0.1
			Pb	2833	0.5

3. 凹口型雾化器封接工艺：将封接后的内喷口靠在调节器对边的载气喷口内壁⑬，然后利用调节器将喷蕊管前后移动使喷口很顺利地调至载气喷口同心点上，最后用真空封腊将调节螺丝固定。

五、试验：

摄谱仪：NC II—28，狭缝20微米，天津II型相板，曝光30秒、取焰高度20毫米（线圈以上）。

高频发生器：频率27—30兆赫，阳板电流0.75安，栅极电流140毫安，灯丝电压12.6伏。

氩气流量：氩冷12升/分，氩等0.4升/分，氩气喷雾1.5升/分，雾化器型号59，毛细管喷口内直径0.266毫米，氩载气喷口内径0.518毫米，提升量3毫升/分，雾化室加热温度200℃。

在上述条件下，部分元素的检出限如下：（检出限是指在光谱投影仪下目测能检出谱线，与高量成系列）。

六、讨论：

1. 由于气动同心雾化器系手工操作，其圆面积是不规则的，因此所测量的尺寸有一定误差，只有通过数学计算求得直径平均值，组装完成后加以精细的研磨才能达到技术指标。

2. 毛细管喷口和氩载气喷口之间的间隙只有0.02—0.03毫米，实际加工要求误差更小，在手工操作时要有一定的调节技巧。如第二种封接方案，当毛细管喷口顶住载气喷口部分封接时，玻璃转换温度要特别注意玻璃管转动，管面不能水平向转动，而是倾斜成45°在喷灯上，这样借玻璃管自身的重力使两口自然靠紧，直至玻璃固化。

第三种封接方法比较理想，但封接毛细管时毛

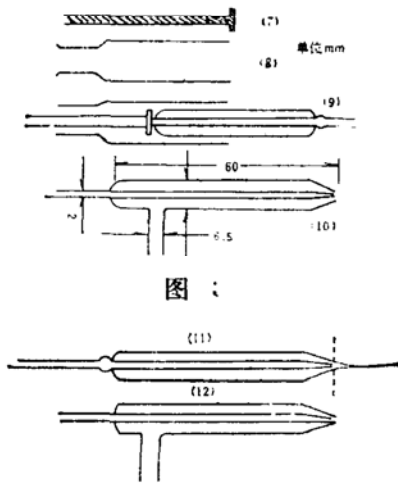


图 4

细管停靠的位置很重要，必须停靠在调节螺丝对面，否则就没有办法调节同心度，此方法调节比较方便，同心度准确，但工艺较复杂。

3. 低检出限是雾化器性能的重要标志，制成的雾化器不但提升量恰当，而且雾化气颗粒均匀，雾滴应越小越好，按本文所制的雾化器，其雾粒直径（自测）10—30微米的占10—20%左右，30—50微米的占20—30%左右，其余的大部分在80微米以内，超出100微米的数量不多（取雾高度60公分）。

在编写和试制过程中得到502所光谱组，刘敦一等同志帮助，在此表示感谢，我们工作经验不多，不足之处请读者指正。

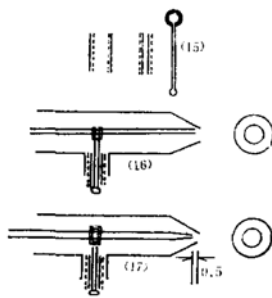


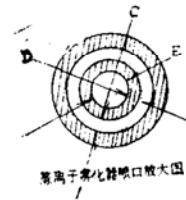
图 5

主要参考资料

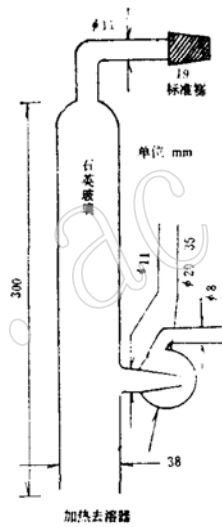
1. 中国地质科学院情报所。电感耦合高频等离子体发射光谱资料选编（1978）

2. 中国地质科学院情报所，国外发射光谱分析资料选编上册（1977）

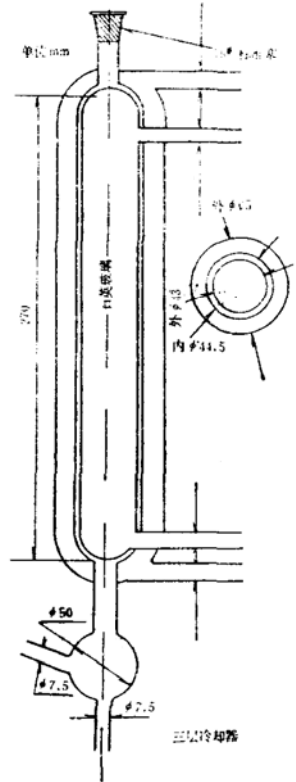
3. 樊天益 过渡玻璃及其工艺 中国地质科学院矿床所所刊。第2号，总第4地质出版社。（1982）附图：



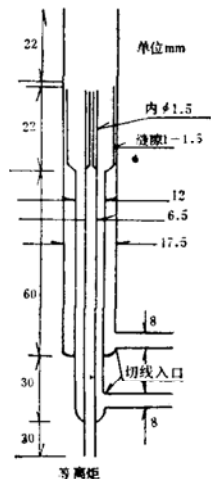
等离子雾化器喷嘴放大图



加热去溶室加工图



灯炬加工图



冷却器加工图

A Discussion on Manufacturing Technique of New Nebulizer and Sealing of The Two Nozzles Used for ICP Source

Fan Tian-yi

The key points of pneumatic nebulizer are the area ratio of solution nozzle to gas nozzle, concentricity and thin wall. Those factors effect the nebulize efficiency, sensitivity and precision directly. In this paper, the calculation method of choosing diameters of the two nozzles of nebulizer, techniques for making thin-wall capillary and sealing two nozzles concentricly and other factors effecting the precision were described.

www.yskw.ac.cn