

РАЗРАБОТКА МЕТОДИК ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ПРОЧНОСТИ СВЯЗЕЙ В КОМПЛЕКСАХ АЛЮМИНИЕВАЯ СОЛЬ-ВОЛОКНО МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ИСКРОВОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Н. Х. Чинь, М.П. Патапович

Белорусский государственный университет,

пр. Независимости, 4, 220030, Минск, Беларусь, тел. 2095348, e-mail: zajogin_an@mail.ru

Для разработки методик полуколичественной оценки прочности связей в комплексах алюминиевая соль-волокно методом лазерной атомно-эмиссионной многоканальной спектроскопии исследована взаимосвязь между физико-химическими свойствами солей алюминия $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и относительной интенсивностью спектральных линий алюминия в спектрах при воздействии сдвоенных лазерных импульсов на пористые (волокнистые) образцы с высушенными растворами указанных солей. Установлено, что интенсивности линий алюминия хорошо коррелируют с прочностью связей в солях, выражаемых энтальпией образования солей. Полученная зависимость имеет линейный вид с коэффициентом корреляции близким к 1. Исследования показали, что возбуждение сдвоенными лазерными импульсами анализируемой пористой поверхности является перспективным направлением для полуколичественной оценки прочности комплексов образующихся при крашении.

Введение

На волокне большинство природных красителей закрепляется с помощью протрав – минеральных или органических соединений, образующих связи с одной стороны с волокном, а с другой – с красителем. Известно что, используя различные протравы, из одного и того же препарата можно получить до 40 оттенков. Наиболее широко для этих целей применяются алюминиевые квасцы. В последнем случае действие квасцов основано на том, что образующиеся вследствие их гидролиза гидроксид алюминия отлагается в волокнах ткани в мелкодисперсном состоянии и, адсорбируя краситель, прочно удерживает его на волокне. Замечено, что для большинства протрав наиболее светлой окраской обладают образцы, окрашенные по способу, когда обработка солями металла следует после крашения, а наиболее темной, полученные при крашении по способу с одновременным протравливанием. Это можно, по-видимому, объяснить тем, что в зависимости от последовательности нанесения протравы и крашения могут образовываться комплексные соединения различного строения [1].

Целью настоящей работы было изучение возможности применения лазерного атомно-эмиссионного многоканального спектрального анализа для полуколичественной оценки энтальпии образования комплексов, содержащих соли алюминия.

Основная часть

Для проведения исследований использовался лазерный многоканальный атомно-эмиссионный спектрометр LSS-1. Спектрометр включает в себя в качестве источника возбуждения плазмы двухимпульсный неодимовый лазер с регулируемой энергией и интервалом между импульсами (модель LS2131 DM). Лазер обладает широкими возможностями как для регулировки энергии импульсов (от 10 до 80 мДж), так и временного интервала между импульсами (от 0 до 100 мкс). Лазер может работать с частотой повторения импульсов до 10 Гц и максимальной энергией излучения каждого из сдвоенных импульсов до 80 мДж на длине волны 1064 нм. Длительность им-

пульсов ≈ 15 нс. Временной сдвиг между сдвоенными импульсами может изменяться с шагом 1 мкс. Лазерное излучение фокусировалось на образец с помощью ахроматического конденсора с фокусным расстоянием 100 мм. Размер пятна фокусировки примерно 50 мкм. Свечение плазмы собиралось с помощью аналогичного конденсора на переднюю поверхность двух кварцевых волокон диаметром 200 мкм и направлялось на входную щель двух спектрометров типа SDH-1. Регистрация спектра проводилась с помощью ПЗС-линейки TCD 1304 AP (3648 пикселей). Запуск системы регистрации спектра осуществлялся синхронно с приходом второго импульса. Все эксперименты проводились в атмосфере воздуха при нормальном атмосферном давлении.

Для выбора оптимального временного междуимпульсного интервала были зарегистрированы спектры при различных интервалах и проведены оценки влияния междуимпульсного интервала на интенсивность линий алюминия. Проведены исследования образцов при различных энергиях лазерных импульсов (30-70 мДж) и временных интервалах между ними (0-13 мкс). В качестве модельных систем для закрепления сухих остатков растворов солей алюминия нами были использованы беззольные фильтры (синяя лента) — диаметр пор 1-2 нм. Для проведения экспериментов кусочек фильтра размером 10x10 мм² наклеивался с помощью двухстороннего скотча на поверхность держателя образцов, а затем на поверхность фильтра наносилось по 25 мкл водных растворов солей алюминия: $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Содержание алюминия в растворах солей 1%. Следует отметить, что диаметр пятна разрушения при воздействии лазера составил 100 мкм. В результате на одну точку при концентрации 1 % приходится $\approx 3 \cdot 10^{-8}$ г исследуемого химического элемента.

Наблюдаемые в нашем случае максимальные интенсивности линий в эмиссионных спектрах хорошо коррелируют с прочностью связей в солях, выражаемых энтальпией образования солей. Максимальные интенсивности линий в спектрах

солей и энтальпии образования солей приведены в таблице 1.

На рис.1 представлена зависимость максимальной интенсивности линии алюминия в спектрах солей от энтальпии образования солей [3-5].

Таблица 1. Значения максимальной интенсивности линий в спектрах и энтальпии образования солей алюминия [2].

Соль	Интенсивность, отн.ед	$\Delta H_f^{298,15}$ кДж.моль ⁻¹
$\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	12415	-5943,0
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	11200	-3441,8
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	9700	-1151,9
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	9300	-704,8

Как видно из приведенного графика и уравнения, полученного методом МНК, зависимость имеет линейный вид с коэффициентом корреляции близким к 1.

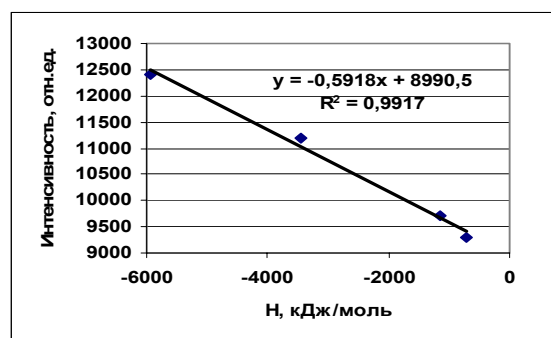


Рис. 1. Зависимость интенсивности линии алюминия Al I ($\lambda=396,153$ нм) в спектрах солей от величины энтальпии их образования.

Полученные результаты можно объяснить следующим образом. Вблизи поверхности образца с сухим остатком солей, содержащих в качестве компонентов металлы, пробой факела эрозийных металлических атомарных паров и нанокластеров происходит при небольшом превышении интенсивности лазерного излучения значении, необходимого для образования факела. В случае использования режима сдвоенных импульсов на первичные процессы плазмообразования будут накладываться процессы нагрева и

испарения аэрозолей, обусловленные действием второго импульса. Общими для всех моделей, описывающих пробой в аэродисперсных средах, являются нагрев и испарение аэрозольных частиц.

Все эти процессы могут проходить в объеме пористой мишени с ограниченной миграцией оксидов алюминия и высокой подвижностью газовых компонентов, в частности, хлоридов алюминия. Данные процессы влияют на время пребывания атомов алюминия в объеме плазмы, определяющей интенсивность линий.

Заключение

Настоящее исследование с использованием метода лазерного искрового спектрального анализа показало, что возбуждение сдвоенными лазерными импульсами анализируемой пористой поверхности является перспективным направлением для полуколичественной оценки прочности комплексов образующихся при крашении.

Выполненные спектроскопические исследования приповерхностной лазерной плазмы, образующейся вблизи поверхности пористого тела, содержащего наноконцентрацию металла, при воздействии на нее двух последовательных импульсов с межимпульсными интервалами 1÷12 мкс показали перспективность применения метода возбуждения сдвоенными лазерными импульсами для определения содержания алюминия с хорошей чувствительностью.

Список литературы

1. Ковтун Л. Г. Химическая технология отделки трикотажных изделий: Учеб. для вузов - М.: Легпромбытиздат, 1989. - 232 с.
2. Глушко В.П. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Справочное издание (3-е изд.). Т. 1. - М.: Наука, 1978. - С.456.
3. Тихонов В.Н. Аналитическая химия алюминия./ Серия «Аналитическая химия элементов». - М.: Наука. 1971. - С. 16.
4. Downs A.J. Chemistry of aluminium, gallium, indium, and thallium. — First edition. — London: Chapman & Hall, 1993. - P. 153.
5. Фурман А. А. Неорганические хлориды. - М., 1980. - С. 143-79.

DEVELOPMENT OF THE METHODS FOR SEMI-QUANTITATIVE ESTIMATION OF BOND STRENGTHS IN ALUMINUM SALT – FIBER COMPLEXES BY LASER SPARK SPECTROMETRY

Trinh Ngok Hoang, M.P. Patapovich

Belarusian State University, 4 Nezavisimosti Ave, 220030 Minsk, Belarus

phone 2095348, e-mail: zajogin_an@mail.ru

To develop the methods for semi-quantitative estimation of bond strengths in salt –fiber complexes using atomic-emission multichannel spectrometry, the relationship between the physicochemical properties of the aluminum salts $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and relative intensities of the spectral lines in aluminum spectra recorded under the effect of double laser pulses on porous (fibrous) samples with dried solutions of the indicated salts was examined. It was found that intensities of aluminum lines correlated well with the bond strengths in salts expressed as the salt formation enthalpies. The derived relationship was linear in form, with the correlation factor close to 1. As demonstrated, excitation of the analyzed porous surface by double pulses looks very promising for semi-quantitative estimation of strengths of the complexes formed in the process of dyeing.