

doi:10.3788/gzxb20134203.0326

不同收光方式下煤粉流的等离子体信号探测

陈世和¹, 陆继东², 钟子铭², 潘凤萍¹, 潘刚², 张曦¹, 姚顺春², 罗嘉¹, 李军¹

(1 广东电网公司电力科学研究院, 广州 510000)

(2 华南理工大学 电力学院, 广州 510640)

摘 要:针对煤粉流组分分布的不均匀性, 研究不同收光方式对煤粉流的激光诱导等离子体的光谱信号收集效果的影响. 选用电厂常用燃煤神木混为实验对象, 利用自行搭建的气固两相流实验台架产生稳定煤粉流, 对比同向收光方式和侧向收光方式下煤的特征谱线信号探测的强度和稳定性. 研究表明, 相同实验条件下, 中间穿孔反射镜使同向收光方式下探测的光谱信号强度较弱, 而等离子体信号源位置沿激光束轴线的变化、等离子体信号本身沿空间分布的不均匀性及煤粉流的阻挡作用使侧向收光方式下探测的光谱信号稳定性较弱.

关键词:光谱学; 激光诱导击穿光谱; 收光方式; 煤粉流

中图分类号: O657.38 TK314 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4213(2013)03-0326-5

Investigation on Collection Performances of Plasma Signal for Pulverized Particle Coal Flow in Different Optical Collection

CHEN Shi-he¹, LU Ji-dong², ZHONG Zi-ming², PAN Feng-ping¹,
PAN Gang², ZHANG Xi¹, YAO Shun-chun², LUO Jia¹, LI Jun¹

(1 *Electric Power Research Institute of Guangdong Power Grid Co. Ltd., Guangzhou 510000, China*)

(2 *School of Electric Power of South China University of Technology, Guangzhou 510640, China*)

Abstract: In order to reduce the adverse impact of the inhomogeneous of pulverized coal components, different optical path systems were set up and used to research the collection performances of plasma of pulverized coal by laser-induced breakdown spectroscopy. The coal samples, Shenmuhun, was chosen for experiment. The detected count and stability of special lines of coal in different optical collection were investigated on the self-built two-phase particle flow experiment bench, which was used to produce stable pulverized coal stream. The analysis results show that in the steadily repeat measurements, the counts of the lines collected by back-side are weaker because of the intermediate perforated mirror, while the stability of the lines collected by side are worse because of the position change of plasma along the laser beam, the spatial inhomogeneity of plasma and the blocking effect of pulverized coal.

Key words: Spectroscopy; Laser-induced breakdown spectroscopy; Optical collection; Pulverized coal stream

0 引言

激光诱导击穿光谱(Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, LIBS)是一种基于等离子体技术的原子发射光谱分析技术^[1-2], 具有非破坏、非接触、多组

分同步分析等优点. 激光光源参量如波长^[3]、频率^[4], 采集参量如透镜焦平面位置^[5], 环境压力^[6], 延迟时间^[7]和采样门宽^[8-9]等会对等离子体的激发特性造成影响. 国内外学者对煤样在 LIBS 测量中的等离子体激发特性做了大量研究工作, 然而这些

基金项目:国家自然科学基金(No. 51206055)和煤燃烧国家重点实验室开放基金(No. FSKLCC1106)资助

第一作者:陈世和(1965—), 男, 高级工程师, 硕士, 主要研究方向为电厂生产过程自动化控制系统开发和技术管理.

Email: chen_shi_he@163.com

导师(通讯作者):陆继东(1957—), 男, 教授, 博导, 主要研究方向为激光测量与诊断技术在燃烧领域的应用. Email: jdlu@scut.edu.cn

收稿日期: 2012-10-11; **录用日期:** 2012-12-14

工作主要都针对已压成片状的煤粉样品. Mateo 等^[9]采用 LIBS 技术对 1 064 nm 和 355 nm 激光波长下片状煤样中的 Fe、Mg、Si、Al、Ca 元素进行测量比较,结果表明与 1 064 nm 波长激光相比,355 nm 波长激光下煤样的测量结果与 AAS 方法的测量结果更接近. 董美蓉等^[10]对压片后的 14 个煤样进行激光诱导击穿光谱实验,引入多元校正的分析方法,使预测值与实验室元素分析仪得到的参考值之间的相对误差在 5% 以内,得到了较高的测量准确度. 姚顺春等^[11]用 LIBS 分析了燃煤形态对激光烧蚀特性的影响. 实验研究表明,样品形态对燃煤的激光烧蚀特性有显著影响. 不同形态燃煤的等离子体温度、电子密度以及元素特征谱线强度随脉冲能量的变化规律有所不同. 然而,在实际的燃煤电厂中,燃料往往以煤粉流的形式存在,而压片则需要对煤粉流进行复杂的样品处理过程,不利于实现煤粉的在线检测.

本文在所在课题组的研究基础上^[12-13],自行搭建了气固两相流的实验台,将激光诱导击穿光谱技术应用到煤粉流的检测中,对比分析不同收光模式下的等离子体发射光谱信号特征,为将 LIBS 技术真正应用于煤质特性的在线检测提供依据.

1 实验介绍和样品制备

在 LIBS 测量中,通常有两种等离子体信号收集方式,一种是在于激光束轴线放置穿孔反射镜使等离子体信号得以通过聚焦透镜进入光纤探头的同向收光方式,另一种是光纤探头与激光束轴线呈 45°~60° 角的侧向收光方式. 本文选用 LIBS 测量中最典型的同向(如图 1 所示)和侧向 45° 收光模式(如图 2 所示),研究煤粉流的等离子体信号的特点.

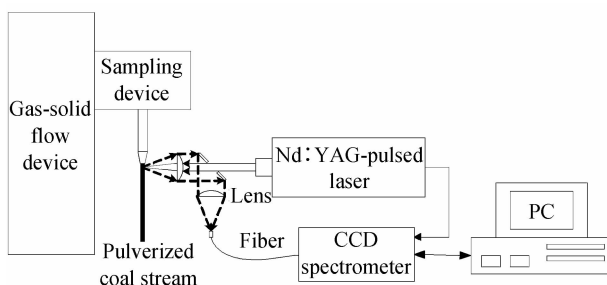


图 1 同向收光方式下的实验系统示意图

Fig. 1 Schematic diagram of experimental system in back-side collection

本文实验采用自行搭建的台架以产生随气流循环流动的煤粉. 煤粉流经过取样通道时由取样器抽取进入旋风分离器,煤粉在旋风分离器的离心作用下被分离后垂直下落形成稳定的煤粉流束,实验时单位面积的流量为 4.39 g/(min·mm²). 两种收光方式均采用焦距为 100 mm 的石英透镜把脉冲激光

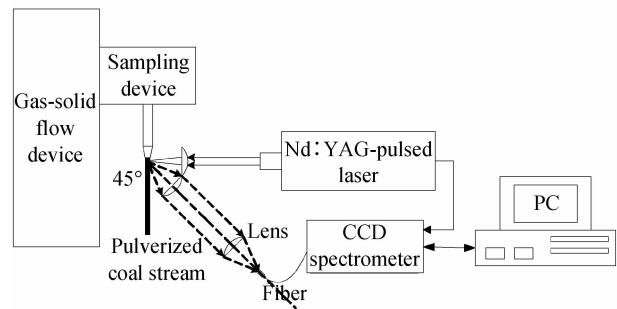


图 2 侧向 45° 收光方式下的实验系统示意图

Fig. 2 Schematic diagram of experimental system in 45° side collection

聚焦于煤粉流束中央处. 同向收光模式下,等离子体的光谱信号由原石英透镜扩为平行光,投射到 45° 角放置的中间穿孔反射镜,该反射镜面向等离子体信号一侧镀有反射膜,使其在较宽波段范围内具有理想的反射率. 光谱信号经反射后由焦距为 100 mm 的石英透镜耦合至光纤探头进入光谱仪中. 经测量,等离子体的光谱信号从发射点到光纤探头经过的光程为 436 mm. 侧向收光模式下,等离子体的光谱信号由焦距为 100 mm 的与脉冲激光轴线呈 45° 角放置的石英透镜扩为平行光,经过一定距离后由焦距为 100 mm 的石英透镜耦合至光纤探头进入光谱仪中. 调整两块石英透镜的位置,使侧向收光模式下的等离子体的光谱信号从发射点到光纤探头经过的光程与同向收光模式下一致.

本文实验激光光源采用法国 Quantel 的 Nd:YAG 固体脉冲调 Q 激光器,激光波长为 1 064 nm,脉冲激光以 1 Hz 的频率击打在煤粉流束上. 光纤光谱仪采用荷兰 Avantes 公司双通道光谱仪,其集成了 2 048 像素 CCD 作为探测器件,探测范围为 235~380 nm 和 580~790 nm,激光器每次出光时发出的 Q 信号用以触发光谱仪工作. 以获得较高信噪比的等离子体的光谱信号为原则进行参量优化实验,经优化的用以光谱采集的延迟时间为 1 600 ns,积分时间为 2 ms,激光能量为 80.70 mJ. 每种收光模式下,采集 1 000 个脉冲信号,重复三次. 实验样品采用电厂的常用煤样神木混,200 μm 以下的煤粉经 8 h 45℃ 干燥后送入循环系统中,这样处理是为了防止旋风分离器下料口堵塞,从而保证垂直下落的煤粉流的稳定性.

2 实验结果与分析

在传统的粉末状样品的 LIBS 测量中,样品被压成片状,样品密度大,合适能量的脉冲激光都能击中样品表面激发等离子体. 然而在煤粉流测量中,由于煤粉流形态的特点,在激光与煤粉相互作用的时

候,会存在无效的光谱数据,本文分析均是在无效数据剔除后进行分析的。

被脉冲激光激发的煤粉等离子体发射光谱信号由集成 CCD 探测器的光纤光谱仪探测分光,根据 NIST (National Institute of Standards and Technology) 原子标准光谱数据库错误! 未找到引用源. 对获得的光谱进行识别,可以获得煤粉的元素类别信息. 图 3 为两种收光模式下有效数据平均得到的 245~345 nm 波段光谱图,在两种收光方式获得的光谱中,C, Mg, Si, Al, Ti, Fe 元素谱线均能清晰地被辨识. 从整体上对比,侧向收光方式的各光谱强度比同向收光强,背景强度也更强。

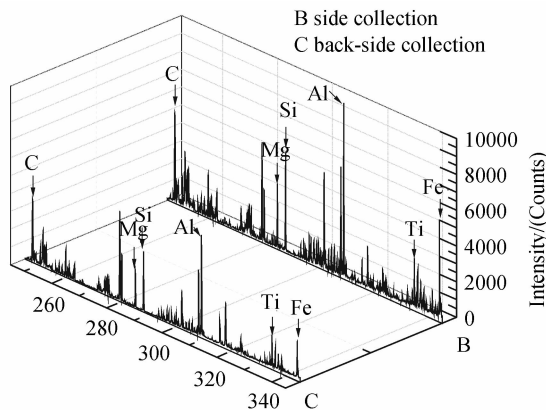
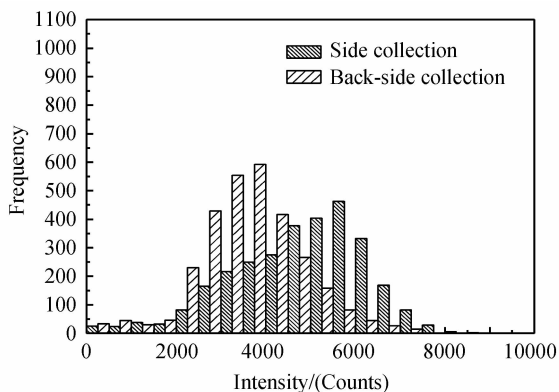
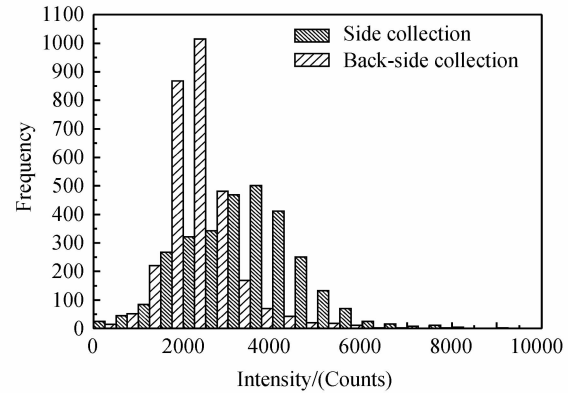


图 3 不同收光方式的光谱对比:245~345 nm
Fig. 3 Comparison of lines (245~345 nm) in different optical collection

从筛选过后的有效数据中选取特征谱线进行不同收光方式下的强度频数分布对比,其中典型的 C247.869 和 Mg285.215 对比情况如图 4 所示. 从图中可看出,同向收光方式和侧向收光方式下的特征谱线强度分布基本服从正态分布. 侧向收光方式下的最大频数比同向收光方式下的最大频数小,而且侧向收光方式下的最大频数所处的强度区间比同向收光方式下的最大频数所处强度区间高. 如图 4(a)中 C247.869 侧向收光方式下的最大频数约为 480,其区间为 5 500~6 000,而同向收光方式下的



(a) Distribution of C247.869 intensities



(b) Distribution of Mg285.215 intensities

图 4 不同收光方式下 C247.869 和 Mg285.215 强度分布对比
Fig. 4 Comparison of distribution of C247.869 and Mg285.215 intensities in different optical collection

最大频数为 600,其区间为 3 500~4 000. 对比结果表明,同向收光方式下谱线强度比侧向收光方式下谱线强度低,但更为集中。

为进一步对比,把特征谱线 C247.869, Mg285.215, Al308.197, Si288.15, Fe344.118, Ti334.184 的强度进行平均处理,得到不同收光方式下的强度对比如图 5 所示. 侧向收光方式下,所有谱线强度均大于同向收光方式下的强度,约为 1.3~2 倍. 其主要原因为在同向收光方式下采用穿孔反射镜来反射等离子体信号,中间开孔部位会导致一部分等离子体信号散失,进入光纤的信号减弱. 而侧向收光方式下等离子体通过准直透镜进入光纤,信号散失情况比同向收光轻。

以两种收光方式下各三组数据平均值的 RSD 为依据对比两种收光方式的光谱稳定性,结果如图 6 所示. 在同向收光下,所有谱线的 RSD 均比在侧向收光下的 RSD 小,约为 0.3~0.7 倍. 同向收光下探测到的等离子体信号具有更高的稳定性,主要与等离子体信号空间分布的不均匀性以及煤粉流本身特性有关. 等离子体在膨胀过程中,其表征样品不同组分信息的粒子存在空间分布不均匀现象. 在侧向收光方式下,只有一部分等离子体信号能穿过准直透镜进入光纤,这部分等离子体信号不能代表整个等离子体信息. 在煤粉流束中,受激发的煤粉位置不稳定,侧向收光方式下较窄的收光范围使收光光路对等离子体信号源位置的变化更加敏感. 另外,受激发的煤粉的等离子体信号也可能会受到其他煤粉的阻挡作用,从而导致收到的等离子体信号不稳定. 这三方面均会降低侧向收光方式下等离子体信号的稳定性. 在同向收光方式下,聚焦透镜的法线沿激光轴线方向,覆盖等离子体信号的角度比侧向收光大,其收集到的等离子体信号能良好地代表等离子体的整体信息. 虽然受激发的煤粉位置不稳定,但其受激发

点始终位于或临近聚焦透镜的法线上,这种特点使同向收光对等离子体信号源位置的变化及煤粉流阻

挡作用少敏感,因而获得的等离子体信号稳定性比侧向收光方式更高。

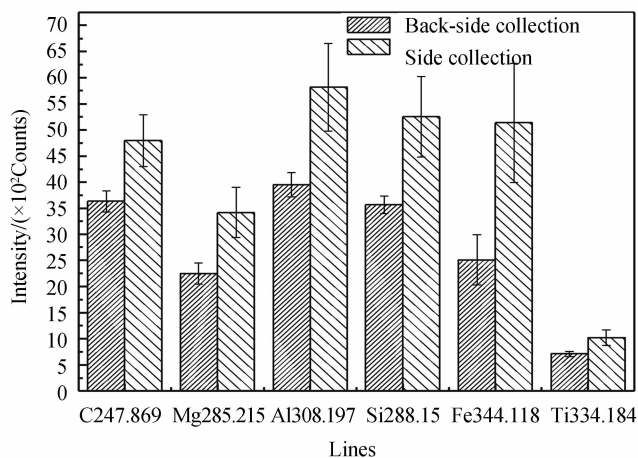


图5 不同收光方式特征谱线强度对比

Fig. 5 Comparison of intensities of characteristic lines in different optical collection

综上所述,侧向收光方式沿等离子体侧面某方向收光,对等离子体信号本身沿空间分布的不均匀性、等离子体信号源位置沿激光束轴线的变化及煤粉流的阻挡作用均比同向收光方式敏感,因而获得的等离子体信号稳定性不及同向收光方式高。但是在同向收光方式下,穿孔反射镜会使等离子体部分信号散失,使信号强度降低。

3 结论

针对煤粉流组分分布的不均匀性,研究不同收光方式对煤粉流的激光诱导等离子体的光谱信号收集效果的影响。经过对比分析表明,相同实验条件下,同向收光方式下探测的光谱信号稳定性更好,而侧向收光方式下探测的光谱信号强度更强。这是因为同向收光方式下,聚焦透镜覆盖等离子体的角度较大,对等离子体位置及空间分布变化少敏感,煤粉流阻挡作用小,但穿孔反射镜会使等离子体信号有所散失。而侧向收光方式下,等离子体光谱信息散失较少,但对煤粉流样品流动的不稳定性、等离子体自身空间分布不均匀以及煤粉流阻挡作用更敏感。

参考文献

- [1] CTVRTNICKOVA T, CABALIN L, LASERNA J, *et al.* Laser ablation of powdered samples and analysis by means of laser-induced breakdown spectroscopy[J]. *Applied Surface Science*, 2009, **255**(10): 5329-5333.
- [2] CANEVE L, COLAO F, FANTONI R, *et al.* Laser ablation of copper based alloys by single and double pulse laser induced breakdown spectroscopy[J]. *Applied Physics A*, 2006, **85**(2): 151-157.
- [3] WOLFGANG S, JURGEN B, KAY N. Basic investigations for laser microanalysis; IV. The dependence on the laser wavelength in laser ablation[J]. *Mikrochim Acta*, 1992, **108**(1-2): 1-10.

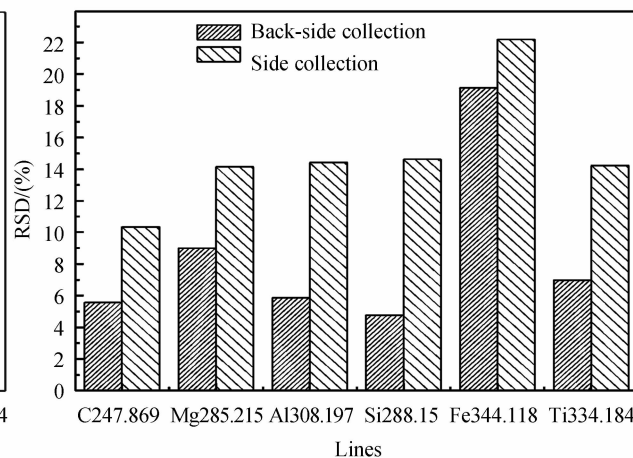


图6 不同收光方式特征谱线 RSD 对比

Fig. 6 Comparison of RSD of characteristic lines in different optical collection

- [4] MICHEAL T, QING S, BENJAMIN S, *et al.* Direct determination of trace elements in terephthalic acid by laser induced breakdown spectroscopy[J]. *Analytica Chimica Acta*, 2000, **419**(2): 153-158.
- [5] AGUILERA J A, ARAGON C, PENALBA F. Plasma shielding effect in laser ablation of metallic samples and its influence on LIBS analysis[J]. *Applied Surface Science*, 1998, **127-129**: 309-314.
- [6] CREMERS D A, RADZIEMSKI L J. Handbook of laser-induced breakdown spectroscopy[M]. John Wiley and Sons, New York, 2006.
- [7] LI Ping, LU Ji-dong, XIE Cheng-li, *et al.* Influence of moisture on plasma characters of laser-induced pulverized coal [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2009, **36**(4): 828-832. 李婷,陆继东,谢承利,等.水分对激光诱导煤粉等离子体特性的影响[J]. *中国激光*, 2009, **36**(4): 828-832.
- [8] MOHAMED W T Y. Improved LIBS limit of detection of Be, Mg, Si, Mn, Fe and Cu in aluminum alloy samples using a portable Echelle spectrometer with ICCD camera[J]. *Optics & Laser Technology*, 2008, **40**(1): 30-38.
- [9] GRANT K J, PAUL G L, O'NEILL J A. Quantitative elemental analysis of iron ore by laser-induced breakdown spectroscopy[J]. *Applied Spectroscopy*, 1991, **45**(4): 701-705.
- [10] DONG Mei-rong, LU Ji-dong, YAO Shun-chun, *et al.* Quantitative analysis of carbon content in coal with multivariate calibration by LIBS[J]. *Journal of Engineering Thermophysics*, 2012, **33**(1): 175-179. 董美蓉,陆继东,姚顺春,等.基于多元定标法的煤粉碳元素 LIBS 定量分析[J]. *工程热物理学报*, 2012, **33**(1): 175-179.
- [11] YAO Shun-chun, LU Ji-dong, LU Zhi-min, *et al.* Influence of sample morphology on laser ablation properties of coal [J]. *Acta Optica Sinica*. 2009, **29**(4): 1126-1130. 姚顺春,陆继东,卢志民,等.样品形态对燃煤的激光烧蚀特性影响分析[J]. *光学学报*, 2009, **29**(4): 1126-1130.
- [12] XIE Cheng-li, LU Ji-dong, LI Peng-yan, *et al.* Quantitative analysis of ash component in coal by laser induced breakdown spectroscopy [J]. *Journal of Engineering Thermophysics*, 2009, **30**(2): 329-332. 谢承利,陆继东,李鹏艳,等.激光诱导击穿光谱法分析燃煤的灰成分[J]. *工程热物理学报*, 2009, **30**(2): 329-332.

- [13] XIE Cheng-li, LU Ji-dong, LI Jie, *et al.* Study on real-time evaluation of slagging propensities of coals based on laser-induced breakdown spectroscopy [J]. *Proceedings of the CSEE*, 2007, **27**(23):24-27.
谢承利, 陆继东, 李捷, 等. 基于激光感生击穿光谱的燃煤结渣特性评估[J]. *中国电机工程学报*, 2007, **27**(23):24-27.
- [14] YAO Shun-chun, LU Ji-dong, PAN Sheng-hua, *et al.* Analysis of unburned carbon in coal fly ash by using laser-induced breakdown spectroscopy in deep UV [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2010, **37**(4): 1114-1117.
姚顺春, 陆继东, 潘圣华, 等. 粉煤灰未燃碳的深紫外激光诱导击穿光谱分析[J]. *中国激光*, 2010, **37**(4):1114-1117.
- [15] NIST Atomic Spectra Database . [DB] [2010-03-25]; <http://www.nist.gov/physlab/index.cfm>.

• 下期预告 •

太阳模拟器用光学积分器设计

刘石¹, 张国玉^{1,2}, 孙高飞¹, 苏拾^{1,2}, 王凌云^{1,2}, 高玉军³

(1 长春理工大学, 长春 130022)

(2 吉林省光电测控仪器工程技术研究中心, 长春 130022)

(3 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 长春 130022)

摘要:针对传统太阳模拟器普遍存在辐照均匀度较低的缺陷,改进设计了一种可以有效提高太阳模拟器辐照均匀度的光学积分器.介绍了该光学积分器的组成和工作原理;阐述了光学系统的优化设计技术;对其光机结构进行合理化设计,并使用 ansys 软件对光机结构进行热分析.最后,利用 lightTools 软件对太阳模拟器系统进行模拟仿真.结果表明:使用所设计的光学积分器后,太阳模拟器辐照不均匀度明显降低,在 $\Phi 60$ mm 范围内小于 $\pm 1\%$,在 $\Phi(60\sim 200)$ mm 范围内小于 $\pm 2\%$.该结果与实际检测结果一致,能够满足高准确度的使用要求.

关键词:光学积分器;太阳模拟器;光学设计;光机结构;热分析