



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1746292 A1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

(51)5 G 01 N 27/62

1746292

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

- (21) 4844904/25
(22) 07.05.90
(46) 07.07.92. Бюл. № 25
(75) А.М.Насимов и Х.М.Насимов
(53) 543.274(088.8)
(56) Аманназаров А. и др. Методы и приборы для определения водорода (газовый анализ). - М.: Химия, 1987, с.19.
Авторское свидетельство СССР
№ 1368777, кл. G 01 N 30/72, 1987.
Авторское свидетельство СССР
№ 1191820, кл. G 01 N 30/62, 1985.
(54) УСТРОЙСТВО ДЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ ВОДОРОДА
(57) Использование: аналитическое приборостроение, в частности термохимический ионизационный анализ. Сущность: содер-

2

жит корпус со штуцерами для ввода и вывода анализируемого газа, нагреваемый анод, представляющий собой платиновую спираль, заключенную в активную окись алюминия, покрытую пленкой палладия; между корпусом и анодом установлен электрод, изолированный от корпуса. К аноду и корпусу подключен высоковольтный источник питания постоянного тока, электрод соединен с усилителем малых токов, а выход усилителя - с регистрирующим прибором. Нагреваемый анод включен в мост сопротивлений, причем сопротивления выполнены из материала, обладающего близким к нулю температурным коэффициентом сопротивления. Одно из сопротивлений переменное, а два других - постоянные. 1 ил.

Изобретение относится к аналитическому приборостроению, в частности к ионизационному анализу, и может найти применение при разработке газоанализаторов, предназначенных для селективного анализа водорода в инертной среде.

Известен ионизационный метод, основанный на использовании ионизирующих свойств радиоактивных излучений α - или β -частиц. Сущность ионизационного метода анализа состава при любом способе ионизации пробы анализируемой газовой смеси состоит в функциональной зависимости величины ионизационного тока от концентрации определяемого компонента анализируемой газовой смеси.

Недостатком этого метода является отсутствие селективной чувствительности к водороду на фоне гелия.

Известен детектор для газовой хроматографии, содержащий измерительный мост с низковольтным источником напряжения, регистратором и двумя измерительными ячейками с чувствительными элементами, один из которых выполнен в виде нагреваемой металлической нити, а другой в виде нагреваемой нити, покрытой катализатором, в ячейку введен дополнительный электрод, установленный над нитью и подключенный к измерителю малых токов, а сама нить подключена к положительному полюсу дополнительного высоко-

(19) SU (11) 1746292 A1

вольтного источника напряжения, чей отрицательный полюс заземлен.

Недостатками данного устройства являются большая температурная погрешность и, в этой связи, необходимость термостатирования детектора; большая потребляемая мощность для нагрева термостата, что при решении многих аналитических задач является недопустимым.

Наиболее близким по технической сущности является устройство для детектирования примесей в газах, содержащее корпус со штуцерами для ввода и вывода анализируемого газа и газа-носителя, нагреваемый анод, представляющий собой платиновую спираль с нанесенной на ней окисью алюминия, покрытой пленкой палладия, который подключен к источнику питания. Между анодом и корпусом подключен источник питания. Электрод соединен с усилителем малых токов, а выход усилителя с регистрирующим прибором.

Недостатками известного устройства являются нестабильность чувствительности путем изменения температуры нагреваемого анода при воздействии окружающей температуры анализируемого газа; недопустимо большая температурная погрешность при изменении температуры анализируемого газа от -60 до 50°C ; значительная зависимость от стабильности расхода анализируемого газа путем изменения температуры анода.

Целью изобретения является повышение стабильности и чувствительности при одновременном уменьшении температурной погрешности.

Поставленная цель достигается тем, что в устройство для детектирования водорода в инертной среде, содержащее корпус со штуцерами для ввода и вывода анализируемого газа, нагреваемый анод, представляющий собой платиновую спираль, заключенную в активную окись алюминия, покрытую пленкой палладия, установленный между корпусом и анод электрод, изолированный от корпуса, причем к аноду и корпусу подключен высоковольтный источник питания постоянного тока, электрод соединен с усилителем малых токов, а выход усилителя — с регистрирующим прибором, нагреваемый анод включен в плечо моста термoneзависимых сопротивлений, диагональ которого подключена к регулируемому по разбалансу моста источника постоянного тока, причем в качестве регулятора температуры нагреваемого анода использовано смежное с анодом плечо моста, выполненное в виде переменного сопротивления, откалиброванного до температуры анода.

Такое устройство позволяет достигнуть поставленную цель путем автоматического поддержания постоянной температуры анода, независимо от величины рассеянного анодом тепла, при этом в цепи измерения ионизационного тока сохраняется постоянство чувствительности, так как цепь автоматического поддержания температуры анода не связана с цепью измерения ионизационного тока.

Как показали результаты исследований, в устройствах для определения микроконцентраций водорода в инертной среде, не использовали нагреваемый анод, включенный в мост сопротивлений, выполненных из материала с близким к нулю температурным коэффициентом сопротивления, не выбирали одно из сопротивлений моста переменным, а два других постоянными, одну диагональ моста через потенциометр не подключали к источнику постоянного тока, а вторую диагональ моста не подключали к входу фазочувствительного усилителя, выход которого подключен к реверсивному двигателю, ось которого механически связана с ползунком потенциометра, соединенного с мостом сопротивлений.

На чертеже изображена схема предлагаемого устройства.

Устройство содержит корпус 1 со штуцерами для ввода 2 и вывода 3 анализируемого газа, нагреваемый анод 4, представляющий собой платиновую спираль, заключенную в активную окись алюминия, покрытую пленкой палладия, между корпусом 1 и анодом 4 установлен электрод 5, изолированный от корпуса 1, к аноду 4 и корпусу 1 подключен высоковольтный источник 6 питания постоянного тока, электрод 5 соединен с усилителем 7 малых токов, а выход усилителя 7 — с регистрирующим прибором 8, нагреваемый анод 4 включен в мост сопротивлений, причем сопротивления 9 — 11 выполнены из материала с близким к нулю температурным коэффициентом сопротивления, сопротивление 11 переменное, а сопротивления 9 и 10 постоянные, одна диагональ моста через потенциометр 12 подключена к источнику 13 постоянного тока, а вторая диагональ моста подключена к входу фазочувствительного усилителя 14, выход которого подключен к реверсивному двигателю 15, ось которого механически связана с ползунком потенциометра 12.

Работу устройства в динамике можно описать следующим образом.

Через штуцеры 2 и 3 корпуса 1 пропускают анализируемый газ с расходом оптимальной величины (оптимальный расход газа выбирают из условия необходимой чув-

ствительности). С помощью потенциометра 12 устанавливают рабочий ток моста, состоящего из сопротивлений 9 – 11 и нагреваемого анода 4. Если мост равновесный (наилучшие характеристики в предлагаемом устройстве можно получить при использовании равновесного моста), то выбранные сопротивления должны быть равны между собой и сигналом на входе фазочувствительного усилителя 14 и на управляющей обмотке реверсивного двигателя (РД) 15 равен нулю. В этом случае ось РД 15 неподвижна и неподвижен ползунок потенциометра 12. Если в процессе работы устройства изменяется величина рассеиваемого тепла нагреваемым анодом 4 за счет изменения температуры анализируемого газа или окружающей среды, то изменяется его сопротивление. В этом случае появляется разбаланс моста и на входе фазочувствительного усилителя 14 сигнал отличен от нуля, усиленный сигнал попадает на управляющую обмотку РД 15 и заставляет вращаться его ось, механически связанную с ползунком потенциометра 12, увеличивая ток моста, если сопротивление нагреваемого анода 4 уменьшается путем его охлаждения, например анализируемым газом, или уменьшая ток моста, если сопротивление анода 4 увеличивается путем уменьшения величины рассеиваемого тепла в окружающую среду. Это имеет место, потому что направление вращения оси РД 15 зависит от полярности разбаланса моста, что определяется тем – уменьшается или увеличивается сопротивление нагреваемого анода 4. Ползунок потенциометра 12 перемещается до тех пор, пока не восстановится равновесие моста и сигнал на входе фазочувствительного усилителя 14 не станет равным нулю. Изменяя положение ползунка сопротивления 11, можно задавать регулируемое значение температуры нагреваемого анода 4 (для определения значения температуры нагреваемого анода 4 от положения ползунка сопротивления 11 требуется предварительная калибровка).

Так как инерционность цепи высоковольтного источника 6 питания, нагреваемого анода 4, электрода 5, усилителя 7 и регистрирующего прибора 8 значительно меньше (инерционность этой цепи в пределе определяется временем пробега ионов между нагреваемым анодом 4 и электродом 5, что составляет миллисекунды) инерционности цепи, содержащей измерительный мост, фазочувствительный усилитель 14, РД 15, потенциометр 12 и источник 13 постоянного тока (в пределе инерционность этой цепи определяется тепловой инерцией на-

греваемого анода 4, что составляет секунды), то система стабилизации температуры нагреваемого анода 4 не влияет на величину полезного сигнала.

Предлагаемое устройство было реализовано в макете. В качестве нагреваемого анода 4 использован элемент Скочинского. Его сопротивление в холодном состоянии составляет 6,1 Ом, сопротивления 9 и 10 такой же величины изготовлены из константовой проволоки диаметром 0,3 мм (температурный коэффициент сопротивления константа составляет менее 10^{-5} град $^{-1}$, что находится за пределами чувствительности измерительного моста). В качестве сопротивления 11 использовалось переменное сопротивление ППЗ-40, а потенциометр 12 – регулировочный многооборотный резистор с поступательным перемещением. В макете также были использованы стандартный высоковольтный источник 6 питания постоянного тока в 300 В и низковольтный источник 13 питания постоянного тока с миллиамперметром (блок питания детекторов ионизации в водородном пламени и теплопроводности серийного хроматографа ЛХМ-80). Регистрирующий прибор КСП-4 использован в качестве фазочувствительного усилителя 14 и РД 15, ось которого механически связана с ползунком сопротивления. В качестве усилителя 7 малых токов использован серийный прибор ИМТ-05, выход которого подключен к регистрирующему прибору с временем пробега пером всей шкалы менее одной секунды.

Проводился анализ водорода в азоте. Доза водорода в линию азота вводилась с помощью аттестованного до затвора Д-47. Основное внимание уделено изменению порога чувствительности устройства в зависимости от изменения температуры окружающей среды в диапазоне от -60 до 50°C. Нагреваемый анод 4 в корпусе 1 помещен в термостат хроматографа Вариан 3700.

Пример 1. Через нагреваемый анод 4 установлен ток 190 мА. Система стабилизации температуры анода отключена, при этом предельная чувствительность к водороду в азоте изменялась от $6 \cdot 10^{-6}$ об. % при температуре в термостате 50°C до $4 \cdot 10^{-3}$ об. % при температуре в термостате -60°C. Необходимо отметить, что при -60°C более чем в 1000 раз ухудшается селективность к водороду по отношению к гелию в азоте по сравнению с селективностью при температуре в термостате 50°C.

Пример 2. Ток нагреваемого анода 4 при комнатной температуре установлен 190 мА, система стабилизации его темпера-

туры включена. При температуре окружающей среды (25°C) предельная чувствительность к водороду в азоте составляет 10^{-5} об.%, при температуре в термостате -60°C $1,7 \cdot 10^{-5}$ об.%, а при 50°C $9,5 \cdot 10^{-6}$ об.%.

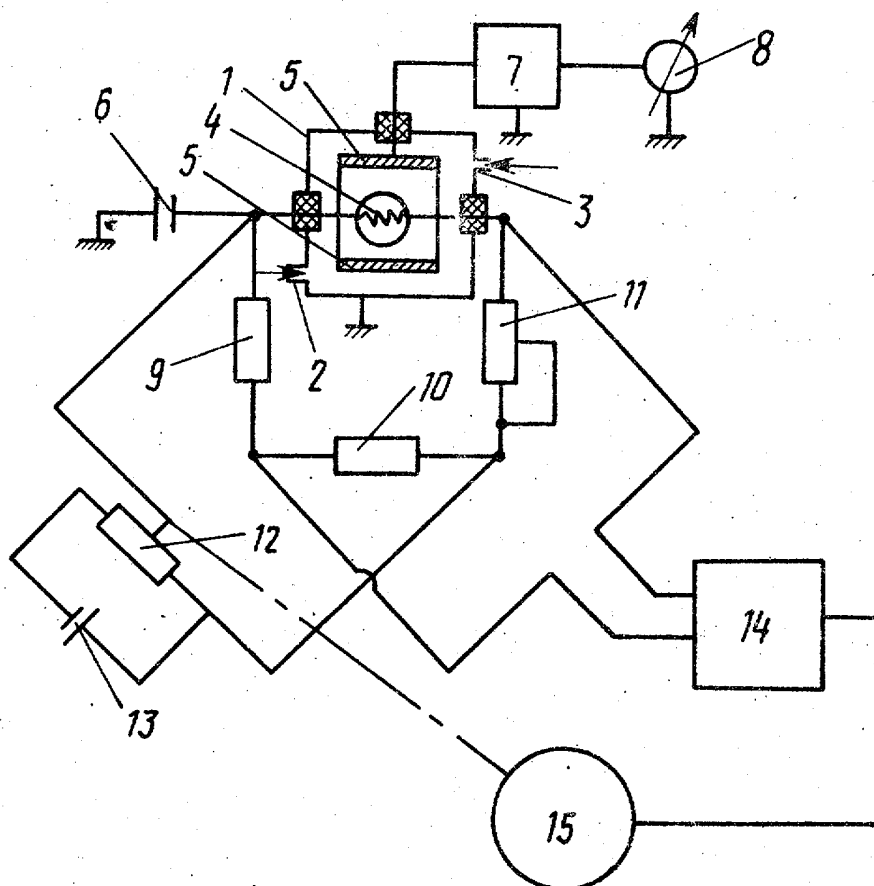
Результаты испытаний подтвердили работоспособность предлагаемого устройства.

Экономический эффект от внедрения устройства получен за счет значительного уменьшения температурной погрешности.

Формула изобретения

Устройство для детектирования водорода в инертной среде, содержащее корпус со штуцерами для ввода и вывода анализируемого газа, нагреваемый анод, представляющий собой платиновую спираль, заключенную в активную окись алюминия, покрытую пленкой палладия, установлен-

ный между корпусом и анодом электрод, изолированный от корпуса, причем к аноду и корпусу подключен высоковольтный источник питания постоянного тока, электрод соединен с усилителем малых токов, а выход усилителя — с регистрирующим прибором, отличающееся тем, что, с целью повышения стабильности и чувствительности, нагреваемый анод включен в плечо моста термoneзависимых сопротивлений, диагональ которого подключена к регулируемому по разбалансу моста источнику постоянного тока, причем в качестве регулятора температуры нагреваемого анода использовано смежное с анодом плечо моста, выполненное в виде переменного сопротивления, откалиброванного по температуре анода.



Редактор Н. Бобкова

Составитель А. Насимов
Техред М. Моргентал

Корректор В. Гирняк

Заказ 2391

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101