



ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ КАТАРОМЕТРА И ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ ПОКАЗАНИЙ.

Предельная чувствительность катарометра КМ-02 определялась с помощью проб воздуха в хроматографе «Яуза-100», где в качестве газа-носителя использовался водород (Рис.1). В качестве источника водорода использовался генератор водорода «ЦветХром-8» (Рис.2).

Выходной сигнал катарометра регистрировался хроматографом с помощью компьютерной программы Z-Lab и одновременно мультиметром INSTEK GDM-8246. Объем пробы воздуха изменялся длиной хроматографической петли крана-дозатора. В качестве хроматографической петли применялась пластиковая трубка с внешним диаметром 3мм и внутренним 1,5 мм. Длина трубки принимала ряд значений: 7,5 см, 15 см, 30 см, 22,5 см, 30 см, 45 см, 60 см. Только для одного случая очень большого объема пробы использовалась составная пластиковая трубка большого диаметра с эквивалентной длиной обычно используемой пластиковой трубки равной 216 см. Хроматографическая колонка представляла собой стальную трубку длиной 0,9 м с внешним диаметром 4 мм и внутренним 2,8 мм, заполненную сорбентом «Цеолит 5А» (Рис.3).

Температура термостата хроматографа и катарометра составляла 50С при времени термостатирования не менее часа. Расход газа-носителя составлял 20 мл/мин.

Типичная хроматограмма воздуха при этих условиях представлена на Рис.4.

Она состоит из двух пиков: кислорода и азота. На выходе колонки сначала появляется кислород, а затем азот. На хроматограмме измерялись высота и площадь пиков.

Чувствительность катарометра определялась как угол наклона зависимости суммарной площади пиков кислорода и азота к величине объема пробы воздуха и составила величину 2692,2 мВ·с/мл (Рис.5). Предел чувствительности катарометра по воздуху определялся как минимальный объем пробы воздуха, который можно зарегистрировать, путем экстраполяции зависимости высоты пика азота от объема пробы воздуха (Рис.6) при условии, что величина сигнала равна уровню шума от пика до пика. Это условие эквивалентно тому, что амплитуда сигнала вдвое превышает амплитуду уровня шума катарометра. В данном случае амплитуда уровня шума определялась в течение 10 минутного наблюдения как $U_{аш} = (U_{max} - U_{min})/2$, где $U_{аш}$ – амплитуда уровня шума, U_{max} и U_{min} – амплитуды уровня шума нулевого сигнала катарометра. Амплитуды U_{max} и U_{min} последовательно измерялись мультиметром в режиме пикового вольтметра в течение 5 минутного интервала. Определенный таким образом предел чувствительности составил величину 1,8 мкл. Для нормального давления 101,325 кПа и температуры 20°С это составляет массу воздуха 2,2 мкг.

Было замечено, что при длительных перерывах в работе хроматографа, около месяца, хроматографическая колонка с сорбентом «Цеолит 5А» теряла свои сорбционные свойства. Для их восстановления требовалась регенерация колонки, которая заключалась в выдерживании ее при температуре 250°С в течение 2,5 часов с пропуском через нее газа-носителя водорода. В процессе этой процедуры на выходе колонки появлялись капельки воды. Чтобы исключить влияние хроматографической колонки на определение воспроизводимости показаний катарометра вместо нее использовалась стальная трубка без сорбента, длиной около 30 см. При этих измерениях длина хроматографической петли составляла 7,5 см, что соответствует объему пробы 0,13 мл. В качестве пробы по-прежнему использовался воздух. Хроматограмма состояла из одного пика (Рис.7). Воспроизводимость сигнала катарометра определялась, как среднеквадратическое отклонение от средней величины по 10 опытам, и составила для амплитуды пика 0,1%, и для площади пика 0,5% (Таб.1).



Рис.1. Хроматограф «Яуза-100»



Рис.2. Генератор водорода «ЦветХром-8»

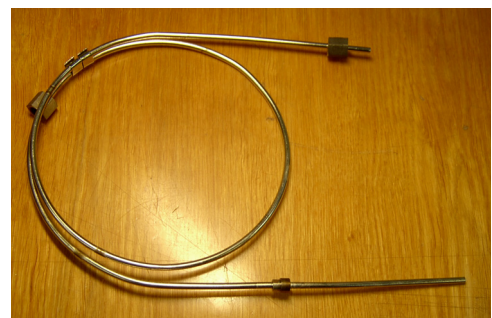


Рис.3. Хроматографическая колонка

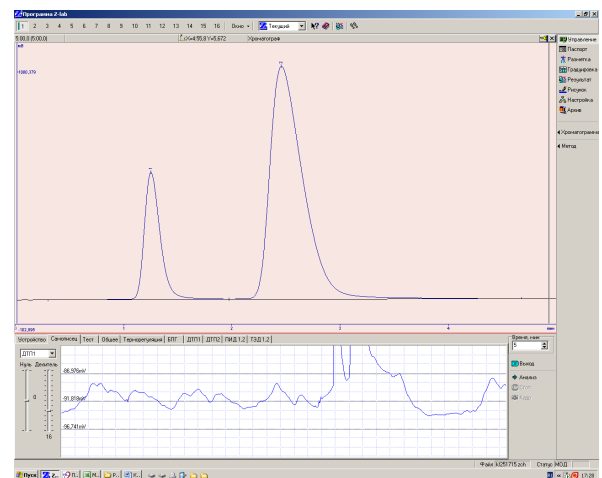


Рис.4. Хроматограмма воздуха при T=50C, Q=20мл/мин

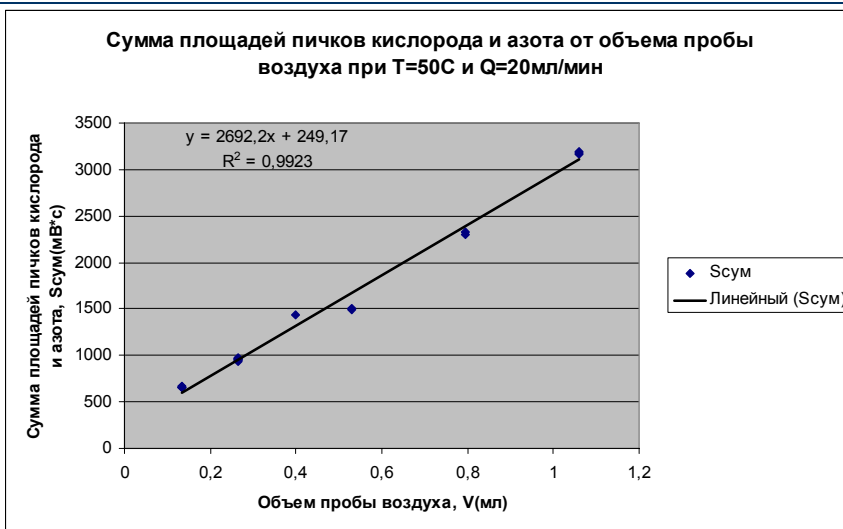


Рис.5. Зависимость суммы площадей пиков кислорода и азота от объема пробы

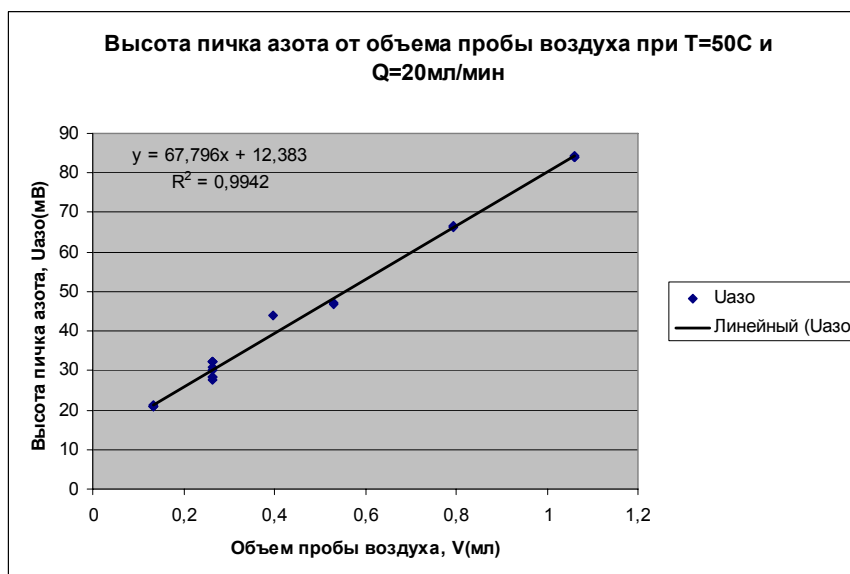


Рис.6. Зависимость высоты пика азота от объема пробы

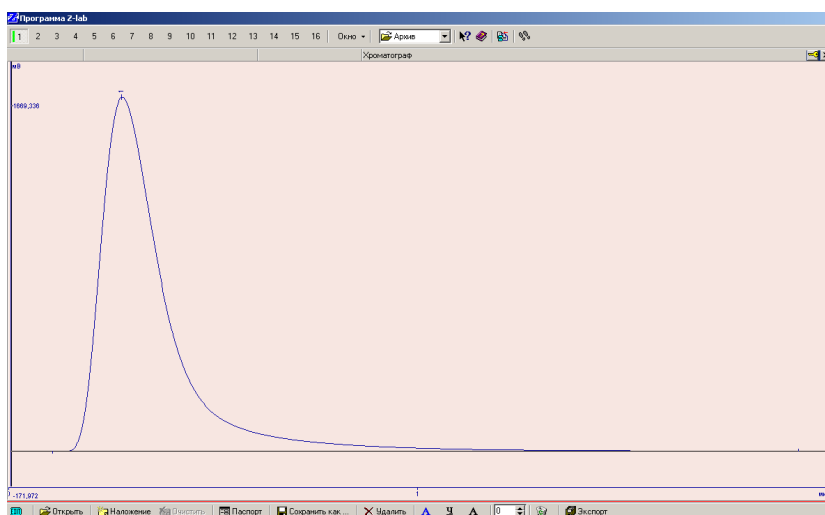


Рис.7. Хромотограмма воздуха с колонкой без сорбента при T=50°C, Q=20 мл/мин

	S(y.e.)	H(y.e.)	U _{сиг} (мВ)
	18652,78	1703,06	59,69
	18573,77	1702,74	59,68
	18755,08	1702,44	59,55
	18546,85	1702,12	59,63
	18522,55	1701,40	59,59
	18572,34	1702,90	59,65
	18554,34	1702,40	59,59
	18485,46	1702,15	59,60
	18731,01	1704,84	59,73
	18519,71	1703,98	59,67
Средн.	18591,39	1702,803	59,638
СКО	91,39955	0,987118	0,055737
%	0,491623	0,05797	0,09346

Таб.1. Воспроизводимость сигнала ката-
рметра. S – площадь пика, H – высота
пика, измеренные по хроматограмме; U_{сиг}
– амплитуда пика, измеренная мульти-
метром