



## ШУМ ВЫХОДНОГО СИГНАЛА И ДРЕЙФ НУЛЯ КАТАРОМЕТРА

Детектор по теплопроводности (катарометр) **КМ-02** предназначен для детектирования пробы в хроматографах методом определения отличия теплопроводности пробы после хроматографической колонки и газа-носителя (водород/гелий).



**Описание конструкции** катарометра (в исполнении для хроматографа «Яуза 100»). КМ-02 состоит из корпуса  $\varnothing 40$  мм, в котором закреплены два датчика теплопроводности. Один установлен в прочно-диффузионную ячейку в канале выхода пробы, другой – в канале газа-носителя. Датчики выполнены напылением платины на кремниевых кристаллах. Датчики греются проходящим через них током. Мощность нагрева выбрана так, что датчики имеют достаточную температуру в среде водорода и не сгорают в среде азота или воздуха. Резисторы включены в мостовую схему, сигнал с которой подается на вход АЦП. Источником питания и АЦП являются устройства хроматографа, в котором устанавливается КМ-02. Материалы, контактирующие с пробой, – нержавеющая сталь, золото, платина, кремний, резина.

Для оценки точности проведения хроматографического анализа необходимо знать поведение датчика теплового преобразования (ДТП, катарометра) при различных температурах термостата и режимах работы хроматографа. Изменяемыми параметрами могут быть величина расхода газа-носителя, время развертки самописца, объем хроматографической петли для взятия пробы, время выхода термостата на рабочий режим при установлении задания термостатирования.

Исследуемый катарометр представляет собой металлический цилиндр из нержавеющей стали, в котором просверлены необходимые отверстия для подачи газа в две симметрично расположенные микрополости (Рис.1).

В качестве чувствительных элементов используются датчики на кристаллах из кремния, выполненные по МЭМС-технологии и помещенные в эти полости. На кристалле имеется тонкая мембрана, на которой напылены из платины плоские зигзагообразной формы резисторы (Рис.2). Резисторы датчиков подключены в электрический мост, разбаланс которого формирует информационный сигнал. От стандартных конструкций катарометров данная конструкция отличается тем, что вместо нитей накала используются платиновые резисторы на полупроводниковом кристалле, устойчивые к перегоранию при резком изменении температурного режима работы. Это представляет собой важное эксплуатационное преимущество.

Шум нуля выходного сигнала определялся в течение 10 минутного наблюдения с помощью мультиметра INSTEK GDM-8246 в режиме измерения  $U_{\max}$  и  $U_{\min}$  (по 5 минут для каждого режима). При этом шумом считался размах колебаний сигнала. Регистрация сигнала катарометра от времени осуществлялась с помощью программы Z-lab в режиме «Самописец» (Рис.3). Дрейф нуля измерялся в течение 30 минут и пересчитывался на часовое измерение.

На шум выходного сигнала катарометра и дрейф нуля в основном влияют время термостатирования и температура. Для хроматографа «Яуза-100» время установления рабочей температуры термостата для получения максимальной точности хроматографических измерений составляет не менее одного часа.

С ростом задания температуры шум (Рис.4) и дрейф (Рис.5) увеличиваются по нелинейному закону. Происходит также линейный температурный сдвиг нуля выходного сигнала (Рис.6).

Влияние величины расхода газа-носителя на шум нулевого сигнала катарометра проявляется только при температурах ниже  $50^{\circ}\text{C}$ . Так, при  $35^{\circ}\text{C}$  с ростом расхода с 5 мл/мин до 20 мл/мин шум увеличивается с 50 мкВ до 60 мкВ, т.е. на 10 мкВ, что значительно ниже температурного роста шума (Рис.4). На дрейф нуля величина расхода в диапазоне 5-100 мл/мин практически не влияет.



а)



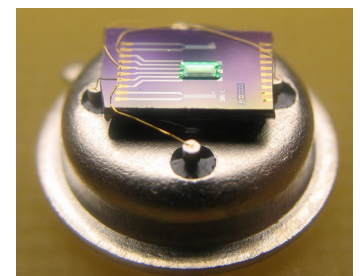
б)

**Рис.1.** ДТП КМ-02  
а) – до установки (сверху видны две микрополости),  
б) – после установки чувствительных элементов.

**Рис.2.** Полупроводниковый датчик: а) – вдали, б) –вблизи



а)



б)

Рис. 3. Выходной сигнал катарометра от времени. T=50°C, время прогрева 1 час.

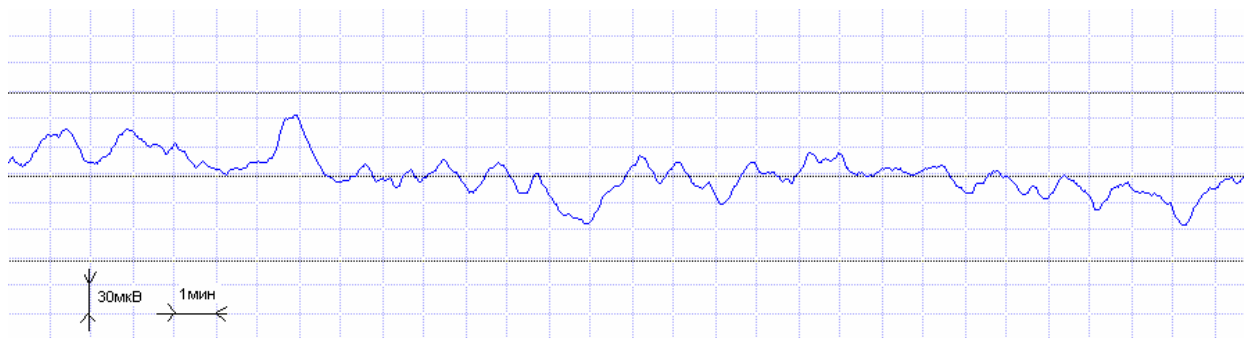


Рис. 4.

Шум катарометра от температуры

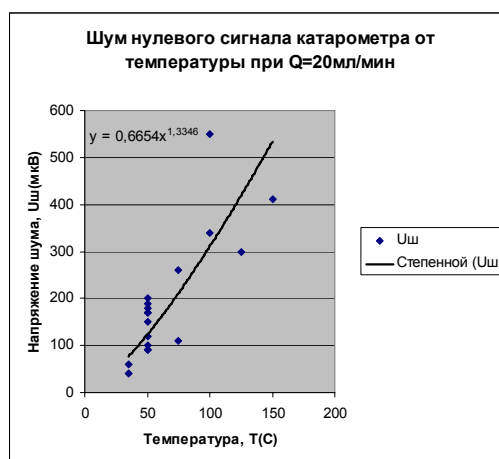


Рис. 5.

Дрейф нуля катарометра от температуры

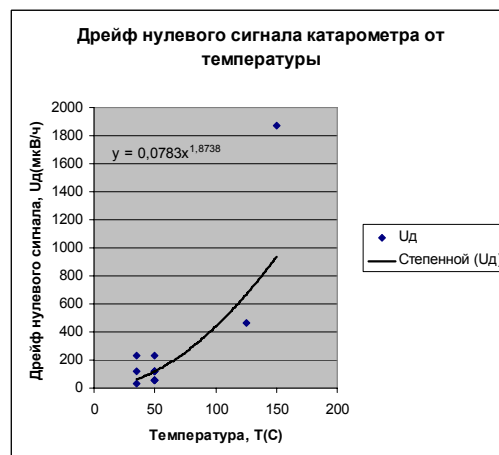


Рис. 6.

Сдвиг нуля катарометра от температуры

