

АВТОМАТИЧЕСКАЯ КАЛИБРОВКА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ГАЗОАНАЛИЗАТОРОВ

В. И. Зенкин, О. Р. Савин, В. Ф. Шкурдода

Х а р ь к о в

Сложная зависимость коэффициентов передачи измерительных и преобразующих устройств от ряда трудно контролируемых параметров (например, параметров элементов схемы, условий протекания основных процессов в устройстве, климатических условий окружающей среды и т. д.) не дает возможности обеспечить их длительное постоянство. В таких устройствах обычно применяется известный метод стабилизации передаточного коэффициента — метод периодической калибровки по эталонному сигналу.

Масс-спектрометры как измерительные приборы также отличаются большой нестабильностью своего передаточного коэффициента. Даже при постоянном напуске ионные токи масс-спектрометра могут изменяться по абсолютной величине до нескольких десятков процентов за одну-две недели [1]. Нестабильность передаточного коэффициента обусловливается образованием полупроводниковых пленок в ионизационной камере и в камере анализатора, вторичной эмиссией в источнике ионов, нестабильностью эмиссионной способности катода и т. д.

Подробный анализ причин нестабильности передаточных коэффициентов масс-спектрометров приведен в работах [1, 2, 3, 4]. В работах [1, 2] дается описание методов масс-спектрального анализа с применением периодической калибровки по эталонным смесям, в том числе с применением автоматической калибровки. Выпускавшиеся до недавнего времени отечественной промышленностью масс-спектрометры в основном предназначались для лабораторных исследований и в них предусматривалась только ручная калибровка. В настоящее время масс-спектрометры все шире применяются для оперативного контроля технологических газов в различных отраслях промышленности. Такие масс-спектрометры, как правило, должны быть оснащены автоматической калибровкой.

Используя результаты, изложенные в работах [1, 2], мы разработали систему автоматической калибровки, обеспечивающую выдачу результатов анализа в форме, удобной для оператора, — в объемных процентах содержания контролируемых компонентов. На базе этой системы калибровки сконструированы масс-спектрометрические газоанализаторы МХ-1211 (контролирующий) и МХ-1212 (регулирующий), которые успешно прошли промышленные испытания и приняты к серийному производству. Упрощенная блок-схема газоанализатора (в системе промышленного контроля) представлена на рис. 1, а.

Через автоматически управляемый вентиль 1 в систему напуска газоанализатора 2 подается анализируемая (из технологического трубопровода) или эталонная (из баллона) газовая смесь. Забираемая смесь попадает в

Напряжение U_{i0} выбирается в качестве опорного для i -го компонента. При подаче на вход калибрующего устройства сигнала от усилителя ионного тока коэффициент передачи звена 1 изменяется до тех пор, пока напряжение на выходе этого устройства не станет равным опорному (ключ 4 замкнут). Коэффициент усиления усилителя 3 предполагается достаточно большим.

Запись результатов анализа непосредственно в процентах содержания анализируемых компонентов обеспечивается выбором k_{i06} , т. е. опорных напряжений

$$U_{i0} = k_{i06} \gamma_{i3} = \frac{U_n}{a_i} \gamma_{i3}, \quad (5)$$

где U_n — предел измерения регистрирующего прибора по напряжению; a_i — желаемый предел измерения регистрирующего прибора в процентах по (i -му компоненту).

Корректировка коэффициента передачи всего газоанализатора в результате изменения коэффициента передачи калибрующего устройства происходит только при напуске эталонной смеси.

При напуске анализируемой смеси система уравнивания не работает (ключ 4 разомкнут). Поэтому при регистрации i -го компонента анализируемой смеси на входе регистрирующего прибора устанавливается напряжение

$$U_i = K_{i06} \gamma_{i3}$$

где γ_i — процентное содержание i -го компонента в анализируемой смеси, или, учитывая (5),

$$U_i = \frac{U_n}{U_i} \gamma_{i3}$$

откуда

$$\gamma_i = \frac{a_i}{U_n} U_i \quad (6)$$

Из выражения (6) видно, что величина $\frac{a_i}{U_n}$ представляет собой выбранную цену деления регистрирующего прибора в [%/мв]. Поэтому отсчет и регистрация процентного содержания i -го компонента в анализируемой смеси производится непосредственно по показаниям регистрирующего прибора в соответствии с выражением (5). Период между калибровками может быть различным в зависимости от интенсивности изменения коэффициента передачи k_i . Периодичность задается специальным программирующим устройством, обеспечивающим всю последовательность работы газоанализатора.

Газоанализатор МХ-1212 имеет одно калибрующее устройство, так как он рассчитан на анализ газа по одной компоненте с выходом в цепь регулирования. Газоанализатор МХ-1211 рассчитан на анализ смесей по четырем компонентам, поэтому он снабжен четырьмя калибрующими устройствами. Поскольку калибрующие устройства работают поочередно, в системе используется только один усилитель и один источник опорного напряжения. Упрощенная принципиальная схема системы автоматической калибровки газоанализатора МХ-1212 представлена на рис. 2.

В качестве звена с управляемым коэффициентом передачи используется электрический мост, построенный на сопротивлениях R_4 , R_5 , R_6 ,

$R7$, $R8$. Добавочные сопротивления $R1$, $R2$, $R3$ служат для уменьшения входного сигнала до уровня, обеспечивающего устойчивую работу системы уравнивания.

Напряжение от усилителя ионного тока поступает на диагональ моста ab , а снимается с сопротивления $R6$. Коэффициент передачи моста изменяется перемещением движков потенциометров $R5$, $R7$.

Параметры моста подобраны таким образом, что при перемещении движков потенциометров $R5$ и $R7$ из одного крайнего положения в другое его коэффициент передачи изменяется от 1 до 0. Перемещаются движки микродвигателем D через редуктор P . Чтобы обеспечить устойчивую работу системы уравнивания в широком диапазоне входных напряжений, воздействие от двигателя непосредственно поступает только на движок потенциометра $R7$, при помощи которого происходит плавное изме-

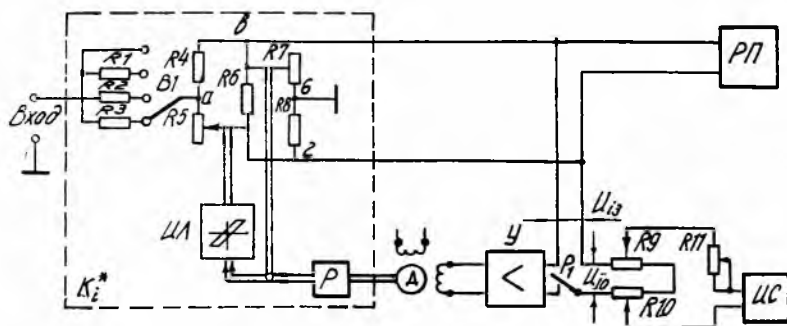


Рис. 2.

нение коэффициента передачи моста. На движок потенциометра $R5$, производящего грубое уравнивание, воздействие поступает через звено искусственного люфта $У_л$. Сравнение напряжения, поступающего с выхода моста, с опорным напряжением происходит на входе усилителя $У$. В качестве опорного используется падение напряжения на сопротивлениях $R9$ и $R10$ при протекании по ним тока от стабилизированного источника питания $Ус$. В цепи этого источника находится сопротивление $R11$, причем выполняется условие $R11 \gg R9 + R10$. Поэтому сопротивления $R9$ и $R10$ представляют собой два ступенчатых делителя на 10 положений каждый, позволяющие задавать U_{io} от U_n до 0 ступенчато через $0,01 U_n$.

Как при калибровке, так и при анализе напряжение с выхода моста поступает на вход регистрирующего прибора $РП$, где оно записывается на диаграммной ленте. В качестве регистрирующего прибора использован одноточечный потенциометр ЭПП-09. Запись содержания контролируемого компонента в эталонном газе (при калибровке) легко выделяется на диаграмме по записям автоматической установки нуля усилителя ионного тока, когда ЭПП-09 регистрирует нуль. Установка нуля усилителя ионного тока происходит перед каждым циклом калибровки и анализа. Участок рабочей диаграммы прибора представлен на рис. 3.

В газоанализаторе МХ-1211 в качестве регистрирующего прибора использован многоточечный электронный потенциометр.

Как показали промышленные испытания приборов, описанная система автоматической калибровки обеспечивает длительную стабильность общего передаточного коэффициента газоанализаторов. Масс-спектрометры надежны в работе, удобны в эксплуатации, так как регистрация анализируемых компонентов производится непосредственно в процентах.

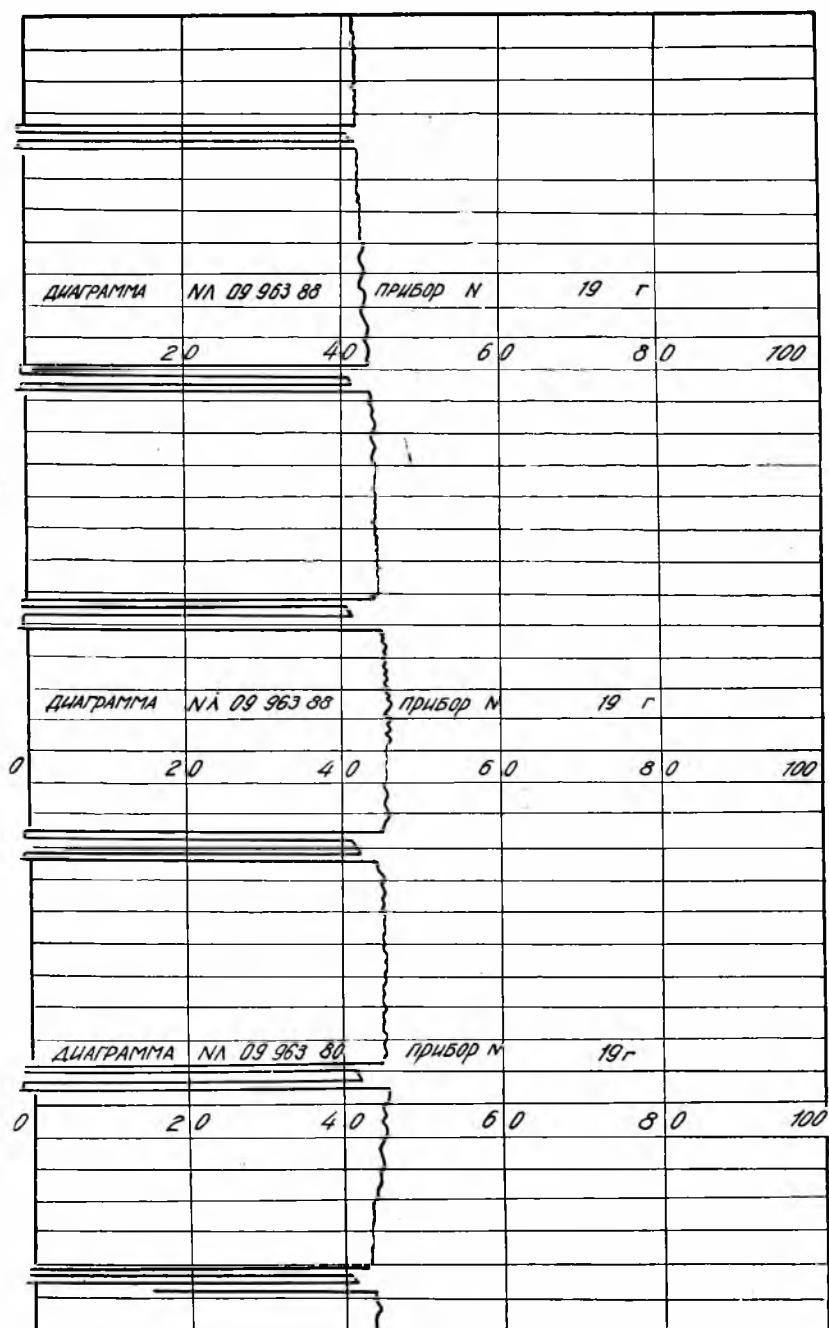


Рис. 3.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р. И. Стаховский. Причины неустойчивости ионных токов в аналитическом масс-спектрометре и метод периодической автоматической калибровки. Сб. «Автоматика и телемеханика». Изд-во АН СССР, 1958.
 2. Н. Н. Шумиловский, Р. И. Стаховский. Масс-спектральные методы. Изд-во «Энергия», 1966.
 3. В. Л. Тальрозе. Молекулярный масс-спектральный анализ. «Заводская лаборатория», 1954, № 3.
 4. Дж. Барнард. Современная масс-спектрометрия. Изд-во иностр. лит., 1957.
-