

ЗАДАВАЧ-СТАБІЛІЗАТОР ВИТРАТИ ГАЗУ-НОСІЯ ДЛЯ ХРОМАТОГРАФА

© Ділай І.В., Теплох З.М., 2006

Описаний високоточний автоматичний задавач-стабілізатор витрати газу-носія із заданою дискретністю зміни витрати у вибраному діапазоні, а також наведені залежності для моделювання та розрахунку дросельних елементів задавача.

In the article the high-precision automatic setter-stabilizer of gas-carrier flow rate for chromatograph with adjusted discontinuity of flow rate change in selected range is described, and the dependences for simulation and calculation of throttle elements are presented.

Вступ. *Постановка задачі.* Хроматографічний метод визначення складу багатокomпонентних сумішей є визнаним і набуває дедалі ширшого застосування, що зумовлене, передусім, його універсальністю [1–5]. Хроматографічний аналіз складу таких багатокomпонентних сумішей, як природний газ, димові викиди теплових електричних станцій є чи не єдиним практично застосовуваним методом. Газовий хроматограф є складною аналітичною системою, в якій газ-носії транспортує аналізовану суміш через усі пристрої хроматографа і бере участь у перетворенні її в розподіленні у часі та просторі бінарні суміші “компонент аналізованої суміші – газ-носії”. У зв’язку з цим газ-носії є одним із основних чинників процесу аналізу і тому для забезпечення точного аналізу важливим є постійність його параметрів, зокрема, витрати [1, 2, 5–9]. Значення витрати газу-носія рекомендують задавати на рівні 100 мл/хв (6 л/год) [10], проте оптимальне значення витрати газу-носія через колонку хроматографа необхідно встановлювати експериментально [11].

Аналіз публікацій показує, що зменшенню впливу завод на результат вимірювання хроматографа, зокрема нестабільності витрати газу-носія, приділено недостатньо уваги [1–5, 12]. У той же час відомо, що витрата газу-носія впливає на час утримування компонента газової суміші, параметри піка, дрейф нульової лінії [2]. Так, наприклад, зміна витрати газу-носія на 1 % призводить до такої ж зміни за величиною параметрів піка на хроматограмі [9].

Традиційно витрату газу-носія вимірюють ротаметром і задають голковим клапаном [8, 13], проте похибка вимірювання ротаметра є на рівні 3 % [14], що відповідно впливає на якість хроматографічних аналізів [2, 8]. Відоме також застосування термоанемометричних перетворювачів для вимірювання витрати газу-носія [5], але вони мають нестабільну характеристику і похибка їх вимірювання є на рівні 3–5 %. В інших галузях застосовують пристрої, в яких витрату задають за допомогою регулятора тиску на вході дросельних елементів за показами манометра [15–17]. Проте і в цьому разі похибка задання витрати залежить від похибки вимірювання тиску і є надто великою. Для періодичного контролю витрати газу-носія в хроматографічній колонці застосовують плівковий витратомір [1, 2, 5, 8, 12], який встановлюють на виході хроматографа. Похибка застосовуваних у таких умовах плівкових витратомірів на базі мірних бюреток з використанням ручного секундоміра і візуального відліку [5, 13] є, як правило, недопустимо великою [18].

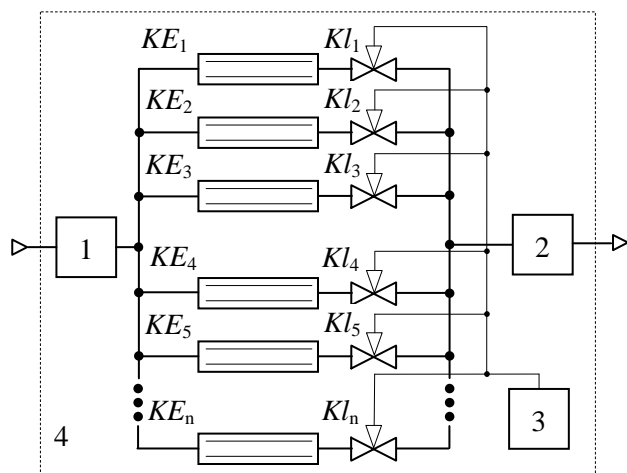
Найперспективнішою виглядає побудова задавача витрати газу-носія на базі набору дросельних елементів з різними провідностями, кожен з яких може брати участь у створенні сумарного потоку на виході задавача, подібно як це зроблено у пристрої для перевірки лічильників на природний газ [19]. Проте застосування цього принципу для побудови задавача витрати газу-носія має свої особливості, зумовлені, зокрема, необхідністю вищої точності, інших діапазону та дискретності задання витрати.

Метою цієї роботи є розроблення високоточних задавачів-стабілізаторів витрати різних газів для забезпечення необхідних умов високоякісного хроматографічного аналізу досліджуваних газових сумішей.

Опис задавача-стабілізатора

Для побудови задавача-стабілізатора газу-носія запропонований новий підхід, який полягає у застосуванні постійних дросельних елементів з кратними газодинамічними провідностями і заданні потрібного значення витрати не зміною перепаду тиску на капілярних елементах (КЕ), а залученням до дозування потрібних дроселів.

Принципова схема розробленого задавача-стабілізатора (див. рисунок) містить n паралельно з'єднаних капілярних елементів ($КЕ_1...КЕ_n$),



Принципова схема газодинамічного задавача-стабілізатора газу-носія для хроматографа

з'єднаних капілярних елементів ($КЕ_1...КЕ_n$), провідність (газодинамічний опір) кожного з яких має строго задане значення. На виході кожного КЕ встановлено електромагнітний клапан ($Кл_1...Кл_n$), потрібну комбінацію влучення яких для позиційного задання витрати забезпечує електронний блок 3 на базі мікропроцесора. На вході КЕ встановлений стабілізатор 1 тиску, а на виході електромагнітних клапанів – стабілізатор 2 тиску. У кожному конкретному випадку можуть бути застосовані різні варіанти пристроїв стабілізації тиску: два стабілізатори абсолютного (надлишкового) тиску – один на вході, інший на виході схеми; на вході – стабілізатор абсолютного (надлишкового) тиску, а на виході – пристрій забезпечення перепаду тиску та навпаки. Для зменшення впливу зміни

зовнішньої температури всі елементи пристрою розміщені в термостаті 4. Згідно із заданою витратою електронний блок 3 здійснює вибірку електромагнітних клапанів ($Кл_1...Кл_n$), внаслідок чого газовий потік з виходу стабілізатора 1 тиску надходить на відповідні КЕ, а далі – дозовані газові потоки підсумовуються і через стабілізатор 2 тиску сформований потік подається в хроматографічну колонку. Таким чином задання потрібної витрати під час експлуатації задавача-стабілізатора відбувається без процесу вимірювання і відповідно похибок, які воно супроводжує. Стабільність заданої витрати залежить переважно від якості стабілізації тисків і температури, а також забезпечується оптимальним співвідношенням витратних характеристик КЕ та стабілізаторів тиску.

Моделювання та розрахунок задавача

Попередній підбір КЕ (діаметра d та довжини l прохідного каналу) базується на залежностях [19]

$$\left. \begin{aligned} d &= a_d \cdot [(G/A + 1)^2 - 1]^{0.25}; \\ l &= a_l \cdot W \cdot d^4 / G - b_l \cdot G, \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

де G – витрата газу; $A = 4\pi \cdot \mu \cdot l / m$ – коефіцієнт витрати КЕ; μ – динамічна в'язкість газу за температури T ; m – коефіцієнт кінцевих ефектів; $a_d = [l^2 / (m \cdot W)]^{0.25}$; $a_l = 2\pi \cdot \mu$; $b_l = m / (4a_l)$; $W = X \cdot B$; $X = (512R_2 \cdot T \cdot \mu^2)^{-1}$; $B = P_1^2 - P_2^2$; R_2 – газова стала; B – комплекс тисків (P_1 і P_2 – тиск газу відповідно на вході та виході капілярної трубки).

Остаточне калібрування дроселів здійснюють за допомогою високоточного плівкового витратоміра (похибка 0,1 %) і пристрою для підбору дроселів (похибка 0,001 %) шляхом прецизійного скорочення довжини капілярів (відламуванням, підпилюванням, шліфуванням) [18, 20].

Максимальна витрата газу, яку можна задати шляхом влучення n паралельно з'єднаних КЕ дорівнює

$$Q_{\max} = \sum_{i=1}^n Q_i, \quad (2)$$

де Q_i – об'ємна витрата через i -й капіляр.

Для задання витрати із діапазону $[0; Q_{\max}]$ з дискретністю Q_{Δ} доцільно будувати систему паралельно з'єднаних КЕ, в якій витрата (провідність) i -го дросельного елемента задається згідно із залежністю

$$Q_i = Q_{\Delta} \cdot c_i = Q_{\Delta} \cdot 2^{i-1}, \quad i = \overline{1, n}, \quad (3)$$

де c_i – i -й елемент геометричної прогресії ($c_1 = 1$; знаменник прогресії дорівнює 2).

Варто наголосити, що власне побудова КЕ із зазначеними провідностями, забезпечує рівномірне задання витрати з кроком Q_{Δ} для заданого діапазону при мінімальній кількості дроселів.

Із врахуванням (3) $Q_{\max} = Q_{\Delta} \cdot \sum_{i=1}^n 2^{i-1}$, а кількість точок k задання витрати із діапазону –

$$k = Q_{\max} / Q_{\Delta} = 2^{-1} \cdot \sum_{i=1}^n 2^i = 2^n - 1. \quad (4)$$

Кількість дроселів, яка забезпечить задання витрати в діапазоні $[0; Q_{\max}]$ із вибраною дискретністю (кількістю точок k в діапазоні) знаходиться згідно із залежністю

$$n = [\log_2(k + 1)] + 1 = [\log_2(Q_{\max} / Q_{\Delta} + 1)] + 1. \quad (5)$$

У (5) квадратні дужки означають цілу частину значення виразу.

Для задання необхідного значення витрати Q_3 за допомогою розробленого пристрою потрібно влучити ті КЕ, сума провідностей яких забезпечить задану витрату, тобто

$$Q_3 = \sum_{i \in \{1, \dots, n\}} Q_i, \quad (6)$$

де $\{1, \dots, n\}$ – вибірка індексів відповідних КЕ. Наприклад, для $i = \{1, 3, 4\}$ згідно із (3) та (6) $Q_3 = Q_{\Delta} \cdot (1 + 4 + 8) = 13 \cdot Q_{\Delta}$.

Вибір дросельних елементів для формування заданого значення витрати Q_3 здійснюється автоматично за допомогою мікропроцесорного пристрою. Завдяки побудові системи дроселів з провідностями, кратними $2^i, i = \overline{1, n}$, задача автоматичної вибірки необхідних клапанів спрощується, оскільки подання інформації в мікропроцесорах також реалізоване в двійковій формі. Для задання витрати Q_3 арифметико-логічний пристрій мікропроцесора повинен подати відповідний їй номер точки $[Q_3 / Q_{\Delta}]$ діапазону в двійковій формі та переслати його у порт. Реалізація ввімкнення електромагнітних клапанів може бути різною. Наприклад, для випадку $n \leq 8$ і при достатній кількості вільних виводів мікроконтролера, кожен з ліній електромагнітних клапанів можна під'єднати до окремих виводів порта. Причому до виводу, якому відповідає розряд із найменшою вагою у двійковому зображенні числа, під'єднана лінія клапана із дроселем найменшої провідності, а саме $Q_{\Delta} \cdot 2^0$, до наступного виводу порта (розряду) – лінія клапана із дроселем з провідністю $Q_{\Delta} \cdot 2^1$ і т.д. Ввімкненими будуть ті клапани, у відповідних розрядах двійкового зображення числа якого є одиниця.

Приклад. Нехай потрібно спроектувати задавач витрати для діапазону [0; 7] л/год з дискретністю $Q_{\Delta}=0,2$ л/год. Згідно з формулою (5) маємо

$$n = [\log_2(7/0,2 + 1)] + 1 = [5,17] + 1 = 6.$$

Отже, потрібно застосувати шість КЕ із провідностями згідно із (3) – $\{Q_i\}_{i=1}^6 = \{Q_{\Delta} \cdot c_i\}_{i=1}^6 = \{0,2 \ 0,4 \ 0,8 \ 1,6 \ 3,2 \ 6,4\}$ л/год, які задають 35 (7/0,2) точок витрати у вибраному діапазоні. Реально цей набір КЕ забезпечує ширший діапазон задання витрати, а саме до $\sum_{i=1}^6 Q_i = 12,6$ л/год в 63 (12,6/0,2) точках.

Нижче наведені геометричні розміри КЕ задавача газу-носія (для аргону та гелію).

Геометричні розміри КЕ задавача

$Q, \text{ л/год}$	Аргон		Гелій	
	$l, \text{ мм}$	$d, \text{ мм}$	$l, \text{ мм}$	$d, \text{ мм}$
0,2	14,4	0,08	17,1	0,08
0,4	17,2	0,1	43,2	0,12
0,8	17,0	0,12	39,9	0,14
1,6	26,0	0,16	33,6	0,16
3,2	28,8	0,2	40,6	0,2
6,4	54,8	0,28	77,9	0,28

Висновок. Розроблений високоточний задавач-стабілізатор забезпечує зменшення похибки задання витрати у кілька разів порівняно із відомими засобами і тому його застосування є доцільним у хроматографі.

1. Гольдберт К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. – М.: Химия, 1990. – 352 с. 2. Гишон Ж., Гийемен К. Количественная газовая хроматография для лабораторных анализов и промышленного контроля: В 2-х частях. Ч.1. – М.: Мир, 1991. – 582 с. 3. Хацкевич Е.А. Контроль качества природных газов хроматографическим методом. – СПб.: Б.и., 2000. – 218 с. 4. Хацкевич А., Попова Т.А. Хроматографический метод определения компонентного состава природного газа // Газовая промышленность, №4, 1999. – С.28–29. 5. Приборы для газовой хроматографии /К.И.Сакодынский и др. – М.: Машиностроение, 1987. – 264 с. 6. Коллеров Д.К. Газоанализаторы. Проблемы практической метрологии. – М.: Изд-во стандартов, 1980. – 176 с. 7. Измерения в промышленности: Справ.изд. в 3-х кн. Кн.3. Способы измерения и аппаратура: Пер. с нем. /Под ред. Профоса П. – М.: Металлургия, 1990. – 344 с. 8. Кейлеманс А. Хроматография газов. – М.: ИЛ, 1959. – 230 с. 9. Гуревич А.Л., Русинов Л.А., Сагаев Н.А. Автоматический хроматографический анализ. – Л.: Химия, 1980. – 192 с. 10. www.chromatec.ru. 11. Авдеева А.А. Хроматография в энергетике. – М.: Энергия, 1980. – 271 с. 12. Руководство по газовой хроматографии: В 2-х ч. Ч.1. Пер. с нем. / Под ред. Э. Лейбница, Х.Г. Штруппе. – М.: Мир, 1988. – 480 с. 13. Джеффери П., Киппинг П. Анализ газов методами газовой хроматографии. – М.: Мир, 1976. – 256 с. 14. Балдин А.А. и др. Ротаметры. – Л.: Машиностроение, 1983. – 200 с. 15. Прохоров В.А. Основы автоматизации аналитического контроля химических производств. – М.: Химия, 1984. – 320 с. 16. А.с. №1325420 СССР, МКИ⁴ G05D 7/01. Задатчик-стабилизатор малых и микрорасходов газа / Пистун Е.П., Стасюк И.Д., Теплюх З.М. - № 4032745/24-24; Опубл. 23.07.87, Бюлл. №27. 17. Дебрянська Р.І., Стасюк І.Д. Газодинамічні задавачі-витратоміри в системі метрологічного забезпечення побутових лічильників кількості газу // Вісник Нац. ун-ту “Львівська політехніка” Теплоенергетика. Інженерія доквілля. Автоматизація. – 2003. – №476. – С.32–36. 18. Теплюх З., Парнета О. Аналіз похибок плівкового витратоміра газу // Вимірювальна техніка та метрологія. Вип. 62. – 2003. – С.275–282. 19. Теплюх З., Ділай І. Задавач кратних малих витрат газу // Вимірювальна техніка та метрологія. Вип. 65. – 2005. – С.87–91. 20. Теплюх З., Пистун Є., Ділай І. Пристрої для встановлення рівності опору дроселів синтезатора газових сумішей // Вимірювальна техніка та метрологія. Вип. 59. – 2002. – С.178–182.