

ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ПОТОКА ГАЗА-НОСИТЕЛЯ НА МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА МЕТОДОМ ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Кутовой М.Ю.^{1,2}, Масленникова А.А.²

¹⁾ Уральский Федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

²⁾ Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения РАН
E-mail: mkutovoy544@mail.ru

THE EFFECT OF THE CARRIER GAS FLOW RATE ON METROLOGICAL INDICATORS IN DETERMINING THE OXYGEN CONTENT BY THE METHOD OF REDUCING MELTING

Kutovoy M.Y.^{1,2}, Maslennikova A.A.²

¹⁾ Ural Federal University

²⁾ Institute of Hight Temperature Electrochemistry

In this paper, the effect of helium consumption in the determination of oxygen by the method of reducing melting on metrological indicators is investigated. The most effective helium consumption in determining trace amounts of oxygen was equal to 25 l/h.

На сегодняшний день контроль кислорода методом восстановительного плавления получил большое распространение в различных системах [1]. Один из важнейших параметров анализа данным методом – скорость потока газа-носителя, который может оказывать влияние на метрологические показатели результатов. Целью настоящей работы было выявить зависимость чувствительности, предела обнаружения и СКО от скорости потока газа-носителя.

Были проанализированы стандартные образцы железа (Iron Powder 501-702) с содержанием кислорода $\square(\text{O})=1.10 \pm 0.02\%$ при скоростях потока газа-носителя 11, 25 и 47 л/ч. Измерения содержания кислорода проводились с использованием анализатора МЕТАВАК-АК методом восстановительного плавления в токе газа-носителя, основанным на взаимодействии кислорода пробы с углеродом тигля при высоких температурах. В результате такой реакции образуется газ СО, который проходя через печь с реактивом CuO, конвертируется в СО₂ и затем выносится в измерительный блок с недисперсионным ИК-детектором. Анализ проводили при температуре 2500°C с использованием оловянных капсул. В качестве газа носителя использовали гелий.

На основе полученных результатов были получены три градуировочные зависимости в координатах «Аналитический сигнал, мВ – масса кислорода, мг» при расходах гелия 11, 25 и 47 л/ч. С увеличением скорости потока

чувствительность уменьшается, так как уменьшается угол наклона градуировочной зависимости. Также уменьшается и стандартное отклонение результатов измерения в условиях повторяемости. На основании полученных данных рассчитали пределы обнаружения кислорода при разных расходах гелия. Наименьший предел обнаружения был получен при скорости потока газа 25 л/ч, следовательно, данная скорость потока газа-носителя будет наиболее эффективной при измерении малых количеств кислорода.

1. Григорович К. В. Фракционный анализ кислорода в металлах — особенности и возможности метода / К. В. Григорович // Аналитика и контроль. (№ 2, с. 151-158, 2002 г.)
2. А.М. Вассерман, Л.Л. Кунин, Ю.Н. Суровой. Определение газов в металлах. М: Наука (1976)