

Ogólny węgiel organiczny

– oznaczanie metodą ciągłej detekcji płomieniowo-jonizacyjnej – cz. 2

STRESZCZENIE | Artykuł opisuje podstawy działania detektora płomieniowo-jonizacyjnego (FID) do ciągłego pomiaru w zastosowaniach laboratoryjnych i przemysłowych.

SŁOWA KLUCZOWE | detektor płomieniowo-jonizacyjny, FID, analizator LZO

SUMMARY | The article describes the operation basics of flame ionization detector (FID) for continuous measurement in lab and industrial usage.

KEY WORDS | flame ionization detector, FID, LZO analyzer

Aby uzyskać jak najlepszą czułość analizatora, a zarazem ograniczyć do minimum wpływ czynników zakłócających pomiar, takich jak np. obniżona zawartość tlenu w badanym gazie czy obecność innych gazów, należy dobrać właściwe parametry pracy detektora. Najważniejsze parametry to:

- ilość doprowadzanego do detektora wodoru,
- ilość doprowadzanego badanego gazu,
- ilość powietrza doprowadzana do zasilania detektora,
- napięcie polaryzacji.

Określanie tych parametrów należy prowadzić dla każdego typu detektora, bowiem w zależności od kształtu i odległości elektrod, wielkości dyszy palnika czy sposobu doprowadzania powietrza, krzywe te mogą przyjmować maksima w różnych miejscach.

Rys. 1-4 przedstawiają przykładowe charakterystyki detektora.

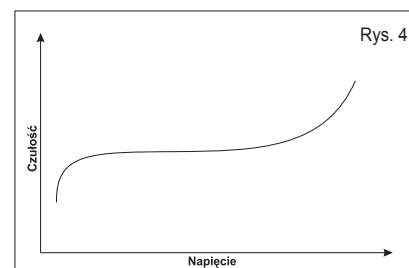
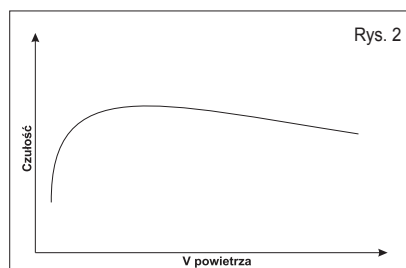
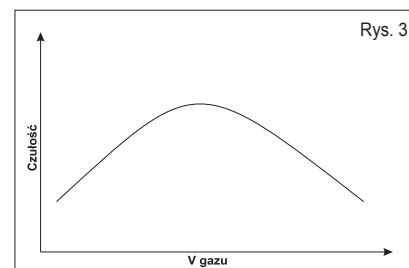
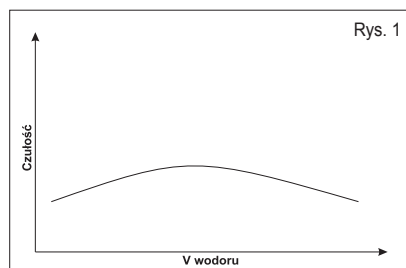
III MATERIAŁY GAZOWE

Analizatory ciągłej detekcji płomieniowo-jonizacyjnej wymagają do pracy zasilania gazami. Do palnika muszą być doprowadzane:

- wodór lub jego mieszanka z helem lub azotem (rodzaj gazu zależy od producenta sprzętu),
- powietrze do spalania (musi być pozbawione zawartości węgla organicznego) – w starszych wersjach analizatorów detektory były zasilane powietrzem z butli, obecnie najczęściej jest to oczyszczone powietrze atmosferyczne.

Obok gazów potrzebnych do zasilania analizatora potrzebne są gazy do jego wzorcowania:

- gaz zerowy – gaz do sprawdzania linii zerowej, najczęściej azot, ale można również stosować powietrze, pod warunkiem że zawartość węgla organicznego (TOC) nie przekracza $0,2 \text{ mg/m}^3$;
- gaz do wzorcowania układu pomiarowego (badanie emisji) – gaz ten powinien być dobierany w zależności od rodzaju wykonywanego pomiaru; przy pomiarach niskich zawartości ogólnego węgla organicznego (np. pomiary w spalarniach odpadów) należy stosować gaz określony w normie PN-EN 12619, tzn. zawierający propan w gazie rozcieńczającym o stężeniu ok. 16 mg/m^3 w przeliczeniu na węgiel; w tym przypadku wskazane jest

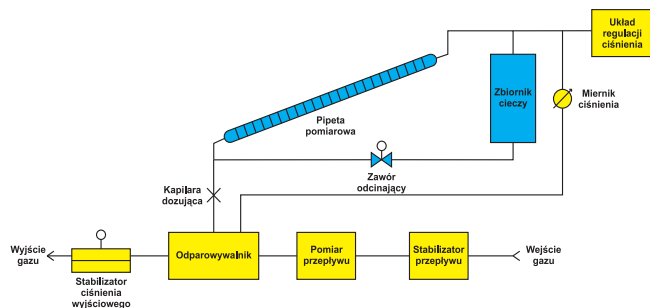


Rys. 1-4. Przykładowe charakterystyki detektora



mgr Leszek Szapert

PREZES LAT SP. Z O.O.



Rys. 5. Sporządzanie gazu wzorcowego do kalibracji analizatora

- stosowanie jako gazu nośnego mieszaniny azotu z tlenem, przy czym zawartość tlenu powinna wynosić około 11% objętości; do pomiarów wyższych stężeń stosuje się normę PN-EN 13526, wg której zawartość węgla (w formie propanu) powinna wynosić 80% zakresu pomiarowego; oznaczenia te najczęściej dotyczą zawartości zanieczyszczeń w powietrzu, jako gaz nośny należy więc stosować wolne od związków węgla powietrze;
- gaz do wzorcowania układu pomiarowego (badania laboratoryjne) - w praktyce laboratoryjnej potrzebne są najczęściej wyniki oznaczenia nie w przeliczeniu na węgiel organiczny, a na konkretny związek chemiczny, i dlatego analizator musi być kalibrowany gazem zawierającym pary tego związku.

SPORZĄDZANIE GAZU WZORCOWEGO DO KALIBRACJI ANALIZATORA

W pracach laboratoryjnych bardzo często zachodzi potrzeba sporządzenia mieszaniny gazowej zawierającej pary określonej substancji (lub kilku substancji) w gazie nośnym. Istnieje wiele metod generowania takich mieszanin wzorcowych, z których za najlepszy sposób uważam opracowany przez pracowników spółki LAT. Zasadę jego działania przedstawia rys. 5.

Opracowana metoda polega na wprowadzaniu określonej ilości cieczy do odparowywacza, przez który przepływa gaz nośny o znanym natężeniu przepływu. Ciecz dozowana jest przez kapilarę, a jej ilość jest określona wielkością ciśnienia wywieraną na ciecz.

Ciecz, której pary mają tworzyć mieszaninę, wprowadza się do zbiornika cieczy. Chcąc spowodować wypływ cieczy ze zbiornika i z pipety do odparowywacza, należy nad cieczą wytworzyć ciśnienie, które spowoduje przepływ cieczy przez umieszczoną w termostacie kapilarę. Wielkość nadciśnienia powietrza nad cieczą jest mierzona manometrem różnicowym. Im ta różnica jest większa, tym więcej cieczy wpływa do odparowywacza. Temperatura dozownika jest stabilizowana na poziomie pozwalającym na szybkie odparowanie cieczy, równocześnie jest na tyle niska, że nie powoduje jej wrzenia.

Jeżeli chcemy wykalibrować układ, czyli zmierzyć, jaką ilość cieczy wprowadzamy do odparowywacza, wówczas zamykamy zawór. Po zamknięciu zaworu ciecz wypływa tylko z pipety i wówczas, mierząc ubytek cieczy w pipecie w czasie, znając natężenie przepływu gazu nośnego, łatwo jest wyliczyć stężenie badanego związku w mieszaninie gazowej.

Ilość dozowanej cieczy jest określona wielkością oporów kapilary dozującej. Używając kapilar o różnej średnicy i długości, można tę metodę stosować dla szerokiego zakresu stężeń wyjściowych. W zależności od zastosowanej kapilary używana jest pipeta odpowiedniej wielkości.

Układ toru gazowego obejmuje stabilizator przepływu współpracujący z elektronicznym układem pomiaru. Wielkość ciśnienia wyjściowego jest ustalana stabilizatorem ciśnienia końcowego.

Jeżeli chcemy uzyskać niższe stężenia niż wygenerowane w powyższy sposób, wówczas otrzymaną mieszaninę rozcieńczamy gazem nośnym w wymaganym stosunku.

KALIBRACJA (WZORCOWANIE) ANALIZATORA FID

Jeżeli analizator ma być stosowany do pomiarów w ochronie środowiska, wówczas powinien być wywzorcowany zgodnie z normą PN-EN 12619 lub PN-EN 13526. Jeżeli przeznaczony jest do prac laboratoryjnych, można stosować gaz wzorcowy otrzymany w laboratorium. Procedura jest w obu przypadkach identyczna i obejmuje:

- wprowadzenie gazu zerowego i ustawienie zera,
- wprowadzenie gazu wzorcowego i wyregulowanie przyrządu,
- ponowne wprowadzenie gazu zerowego i sprawdzenie zera; jeżeli przyrząd nie osiąga zera, należy powtórzyć wszystkie wymienione wyżej czynności.

Większość produkowanych obecnie analizatorów posiada układ automatycznej kompensacji linii zerowej. Działanie tego układu pozwala na unikanie błędów spowodowanych niestabilnością detektora FID, ale nie pozwala na usunięcie błędu zera spowodowanego np. zanieczyszczeniem toru gazowego. Dlatego wprowadzanie gazu zerowego i wzorcowego powinno odbywać się w torze gazowym stosowanym przy pomiarze. □

reklama

Dozownik DC3

Układ przeznaczony jest do generacji mieszaniny par badanej substancji w powietrzu (lub innym gazie nośnym) o określonym stężeniu. Zakres stężeń wyjściowych może być w zakresie od mikrogramów do gramów badanej substancji w metrze sześciennym gazu nośnego.

Otrzymana mieszanina może być odbierana pod ciśnieniem do 30 kPa.

Stężenie wyjściowe może być zmieniane przez użytkownika w szerokim zakresie.

Układ wymaga zasilania sprężonym powietrzem (lub innym gazem).

Przeznaczenie:

- Kalibracja aparatury pomiarowej
- Badania z zakresu katalizy i adsorpcji
- Badanie środków ochrony osobistej
- Badania z zakresu ochrony środowiska



Informacja techniczno-handlowa:

LAT Sp. z o.o.

40-101 Katowice, ul. Chorzowska 73A
tel./fax 032 259 94 43, 032 354 13 59

www.lat.com.pl