

СТАНДАРТ ПРЕДПРИЯТИЯ

Регенерация стеклянных чув-
ствительных элементов куло-
нометрических измерителей
влажности

СТП 5КО.005.004.

Взамен

Настоящий стандарт распространяется на регенерацию стеклянных чувствительных элементов кулонометрических измерителей влажности.

1. ХАРАКТЕРИСТИКА И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МАТЕРИАЛАМ

1.1. Регенерации подвергаются:

а) чувствительные элементы, не обеспечивающие нормируемой полноты поглощения влаги из анализируемого газа;

б) чувствительные элементы, имеющие частичное или полное замыкание между рабочими электродами.

1.2. Материалы должны соответствовать ГОСТам и ТУ, указанным в приложении 1.

1.3. Перечень оборудования изложен в приложении 2.

2. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ПРОЦЕСС РЕГЕНЕРАЦИИ ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

2.1. Регенерация чувствительных элементов, не обеспечивающих нормируемой полноты поглощения влаги.

2.1.1. Заполнение чувствительного элемента сорбентом.

Если чувствительный элемент не обеспечивает нормируемую поглощаемость влаги, это означает, что в канале чувствительного элемента мало или совсем нет сорбента. Для регенерации такого чувствительного элемента необходимо перезаполнить его сорбентом.

Для этого берут ампулу с сорбентом из комплекта запасных частей, ампулу вскрывают и ее содержимое переводят в чистый химический стакан емкостью 150 мл. Чувствительный элемент закрепляют на штативе установки (черт. 1), подставив под элемент сухой стакан. Через чувствительный

элемент пропускают сорбент в количестве примерно 50 мл. Одним и тем же сорбентом допускается заполнять до четырех чувствительных элементов. После полного стечения сорбента из канала чувствительного элемента последний подвергают сушке.

2.1.2. При заполнении чувствительного элемента сорбентом может оказаться, что сорбент плохо проходит через канал чувствительного элемента. Последний необходимо промыть растворителем, если канал чувствительного элемента засорен смолистым веществом, или продуть газом с избыточным давлением не более $0,5 \text{ кгс/см}^2$. При этом перед чувствительным элементом необходимо установить для очистки газа фильтр из ткани ФПП 15-1,5. При отсутствии сжатого воздуха продувку можно произвести при помощи нагнетательной груши (пульверизатора), при этом установка фильтра также обязательна.

2.2 Сушка чувствительного элемента.

После заполнения сорбентом чувствительный элемент подвергают сушке. Сушка чувствительных элементов производится в две последовательных стадии:

- а) сушка сорбента сухим газом;
- б) досушка пленки сорбента электрическим напряжением (электролизом).

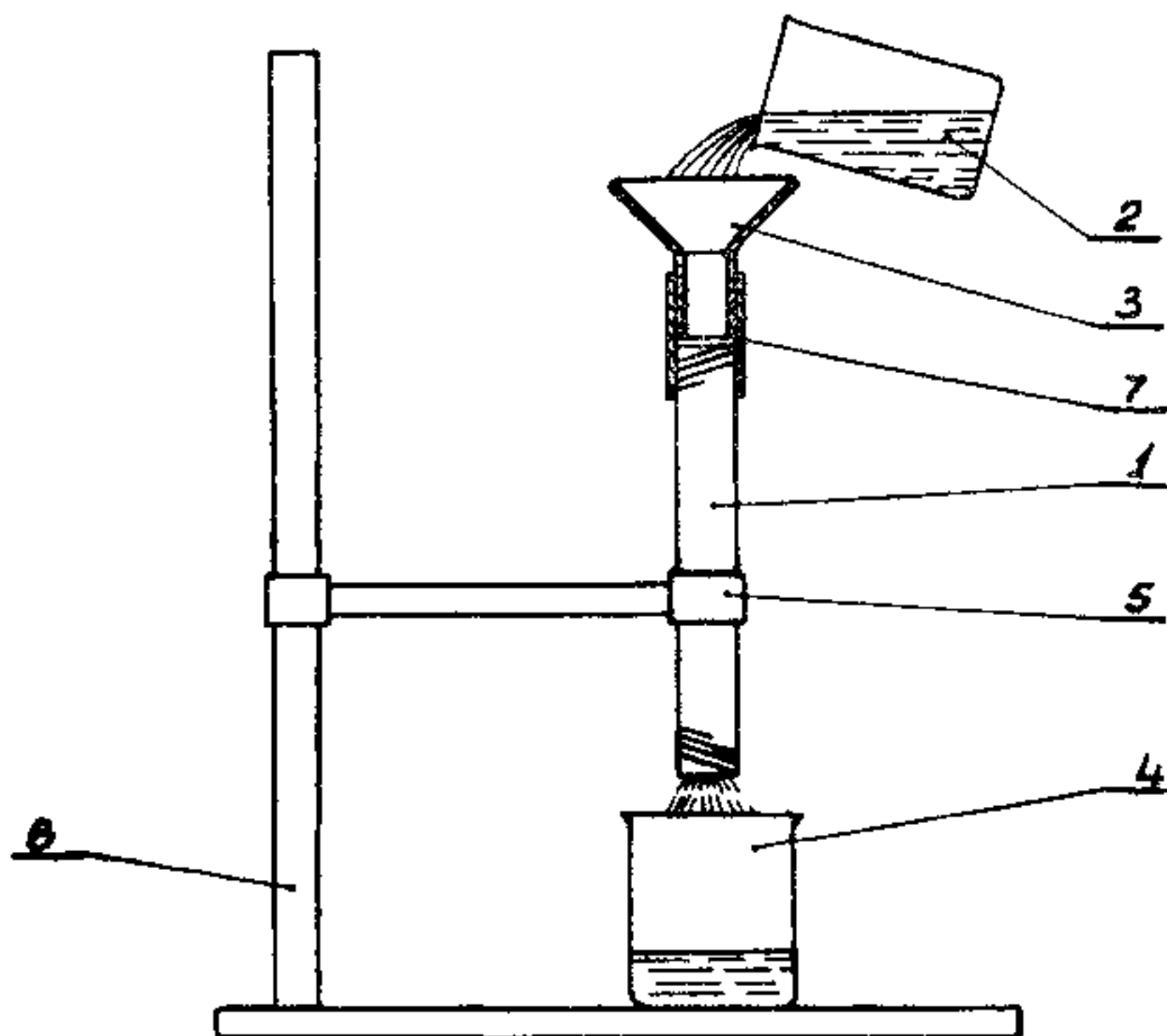
Динамическая сушка чувствительных элементов сухим газом производится на установке, схема которой приведена на черт. 2.

Вся газовая схема установки должна быть герметичной при давлении газа $0,5 \text{ кгс/см}^2$.

Перед установкой заполненных чувствительных элементов на сушку необходимо настроить расход газа.

Для этого к выходному штуцеру с дросселем (3) осушительной колонки (2), заполненной силикагелем, подсоединяется пузырьковый измеритель расхода газа (правила пользования которым приведены в приложении 3. На вход редуктора (1) подается давление азота, воздуха или другого чистого газа в пределах $2 \div 10 \text{ кгс/см}^2$. Поворотом регулировочного винта по часовой стрелке устанавливается такое давление, при котором измеренный с помощью мыльного измерителя расход газа был бы в пределах $15 \div 20 \text{ см}^3/\text{мин}$. Общий вид осушительной колонки и измерителя расхода газа пузырькового см на черт. 6 и 7.

Торцы заполненных чувствительных элементов протирают чистой марлей. Чувствительные элементы при помощи полиэтиленовых переходников (5) и (6) укрепляются на штативе (8) в строго вертикальном положении.



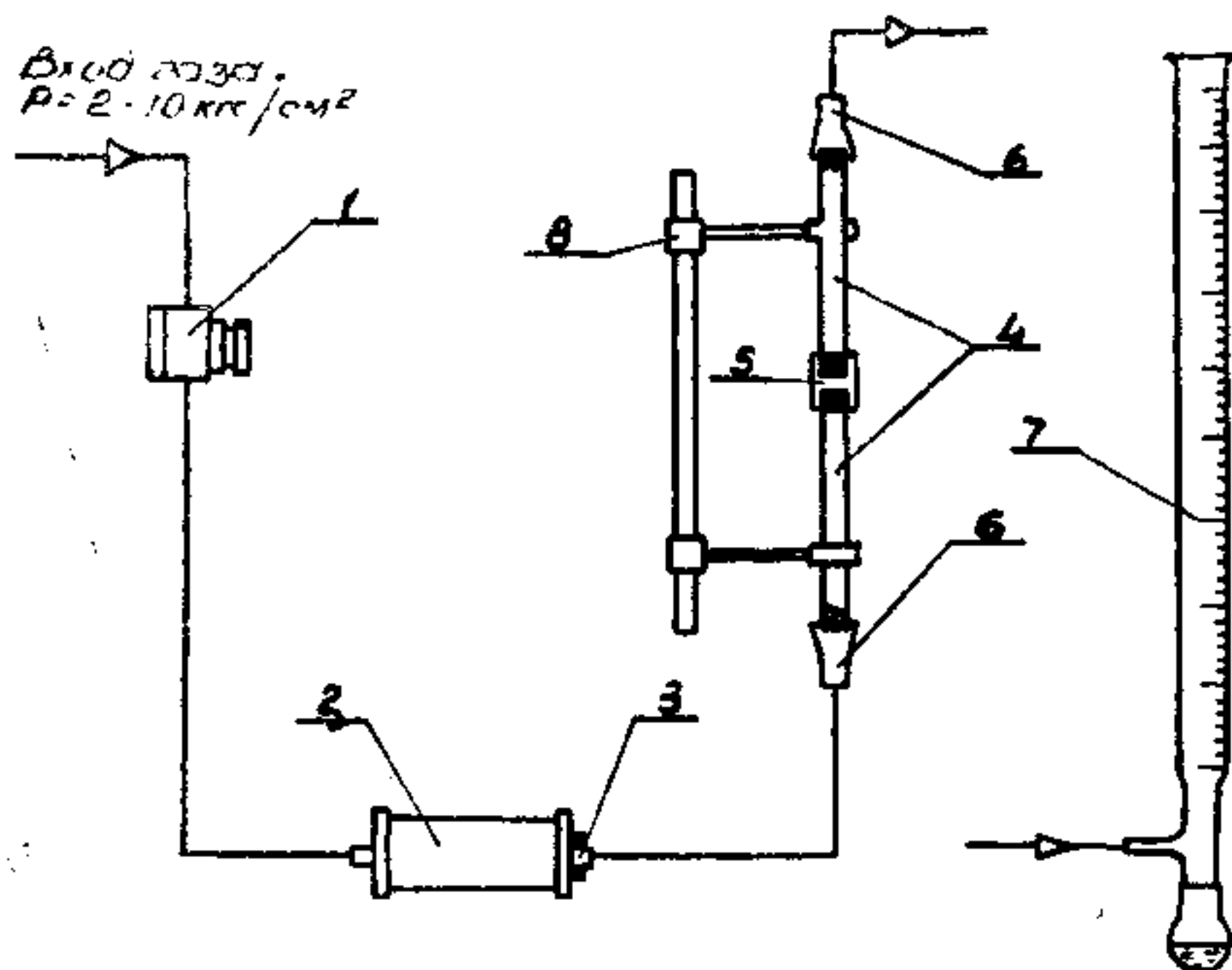
Черт. 1

Установка для заполнения чувствительных элементов сорбентом
1 — чувствительный элемент, 2 — стакан с раствором, 3 — воронка,
4 — стакан. 5 — держатель, 6 — штатив, 7 — полиэтиленовая трубка.

При установленном давлении и расходе газа ведут непрерывную продувку чувствительных элементов до тех пор, пока сопротивление между электродами чувствительного элемента не будет находиться в пределах $2,0 \div 10$ кОм (ориентировочное время продувки 1 час).

Сопротивление между электродами чувствительных элементов замеряют периодически омметром (продолжительность замера около 1 мин). При достижении сопротивления

2,0 ÷ 10 кОм к каждому чувствительному элементу подсоединяют источник постоянного напряжения 5 ÷ 10 вольт и миллиамперметр многопределный. Схему подключения см. на черт. 3.



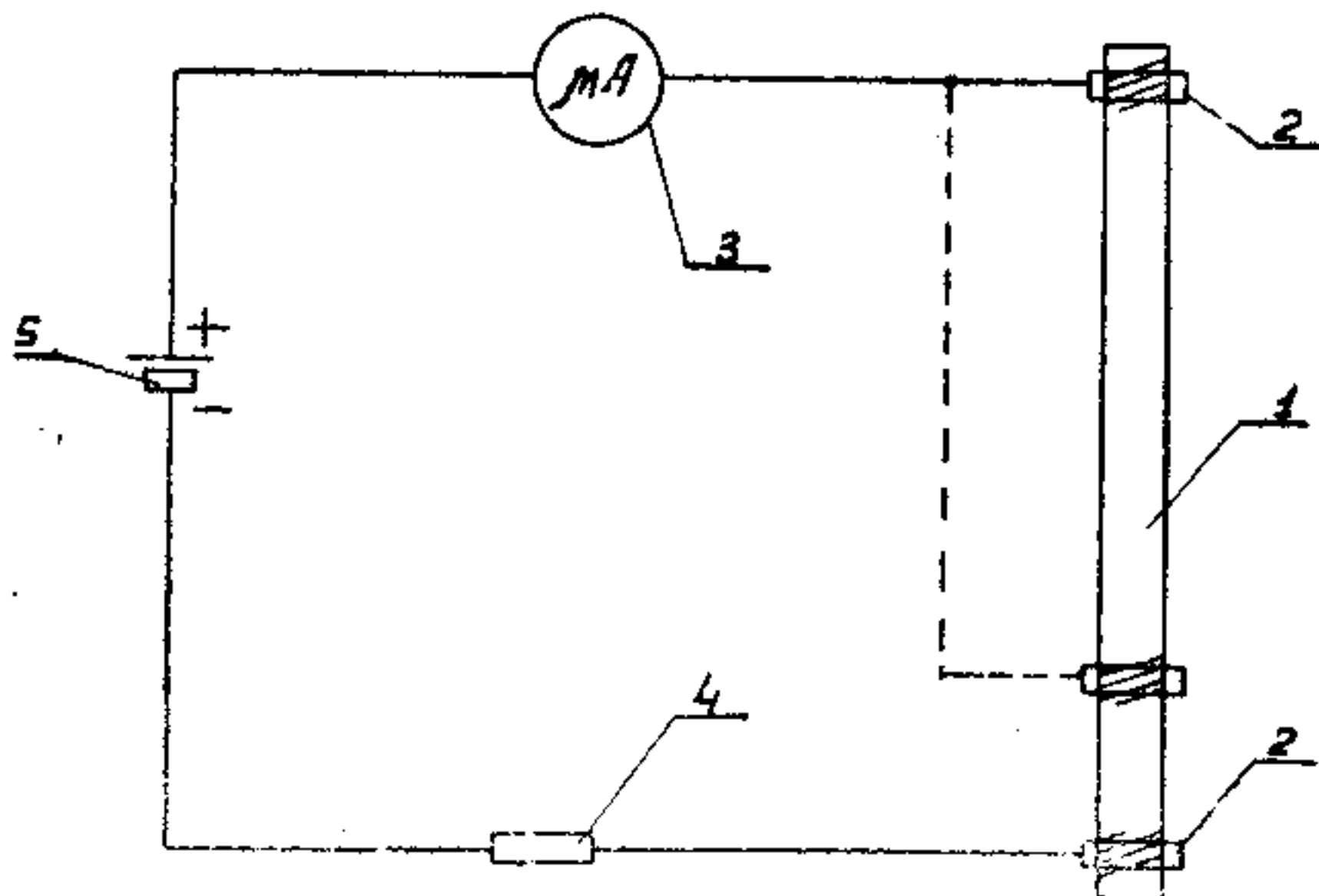
Черт. 2

Схема установки для сушки пленки сорбента чувствительного элемента сухим газом

1 — редуктор, 2 — осушительная колонка, 3 — выходной штуцер колонки с дросселем, 4 — чувствительные элементы, 5, 6 — полиэтиленовые трубки, 7 — измеритель расхода газа пузырьковый, 8 — штатив с держателями.

Досушку напряжением производят до тех пор, пока ток электролиза по миллиамперметру не будет менее 500 мкА (ориентировочное время 30 мин.). По окончании сушки чувствительный элемент вынимают из схемы, протирают торцы чистой марлей, устанавливают в прибор, который включают в сеть. Переключатель диапазонов ставят в положение «сушка».

После выхода стрелки вторичного прибора в первую



Черт. 3

Схема просушки чувствительного элемента электрическим напряжением
 1 — чувствительный элемент, 2 — контактный лепесток,
 3 — миллиамперметр многопредельный, 4 — резистор МЛТ-0,125-1,8 кОм,
 5 — источник постоянного напряжения.

Четверть шкалы на диапазоне «сушка» прибор подготовлен к измерению.

Примечание. Если регенерированные чувствительные элементы не устанавливаются сразу в прибор, то их необходимо закрыть заглушками и положить в ЗИП. Перед установкой чувствительных элементов в прибор их вынимают из ЗИПа и сушат, как показано выше в пункте 2.2.

2.3. Регенерация замкнутых чувствительных элементов

Чувствительный элемент, у которого электрическое сопротивление сухой пленки сорбента между платиновыми электродами меньше 5 кОм, считается замкнутым.

Измерение сопротивления пленки сорбента между электродами чувствительного элемента производится омметром любого типа с внутренним источником питания.

Замкнутым также считается просушенный сухим газом чувствительный элемент, не содержащий пленки сорбента (пленка перед сушкой смывается водой), у которого сопротивление между электродами, измеренное при помощи мегомметра М1101М с напряжением 100 В менее 20 мОм.

Сущность регенерации замкнутых чувствительных элементов заключается в электрохимическом переносе металлических накоплений на электродах и промежутках между ними на дополнительный электрод, который после регенерации удаляется вместе с накопленным на нем веществом. Электрохимический перенос производится в растворе 20% ортофосфорной кислоты квалификации «ХЧ», который пропускается через канал чувствительного элемента. В канал чувствительного элемента вводится специальный дополнительный электрод — проволока (см. приложение 1), который подсоединяется к минусу источника постоянного напряжения, а рабочие электроды чувствительного элемента подсоединяются вместе к плюсу этого же источника.

В качестве источника постоянного тока можно использовать сухую батарею, аккумулятор, полупроводниковый выпрямитель с напряжением 10 ± 2 В (вариант схемы см. на черт 4).

Максимально допустимый ток в цепи одного электрода чувствительного элемента при регенерации не должен превышать 200 мА. Оптимальный ток $50 \div 150$ мА. Продолжительность регенерации не превышает 50 часов. Схема установки для регенерации чувствительных элементов приведена на черт. 5.

Для осуществления регенерации замкнутого чувствительного элемента необходимо:

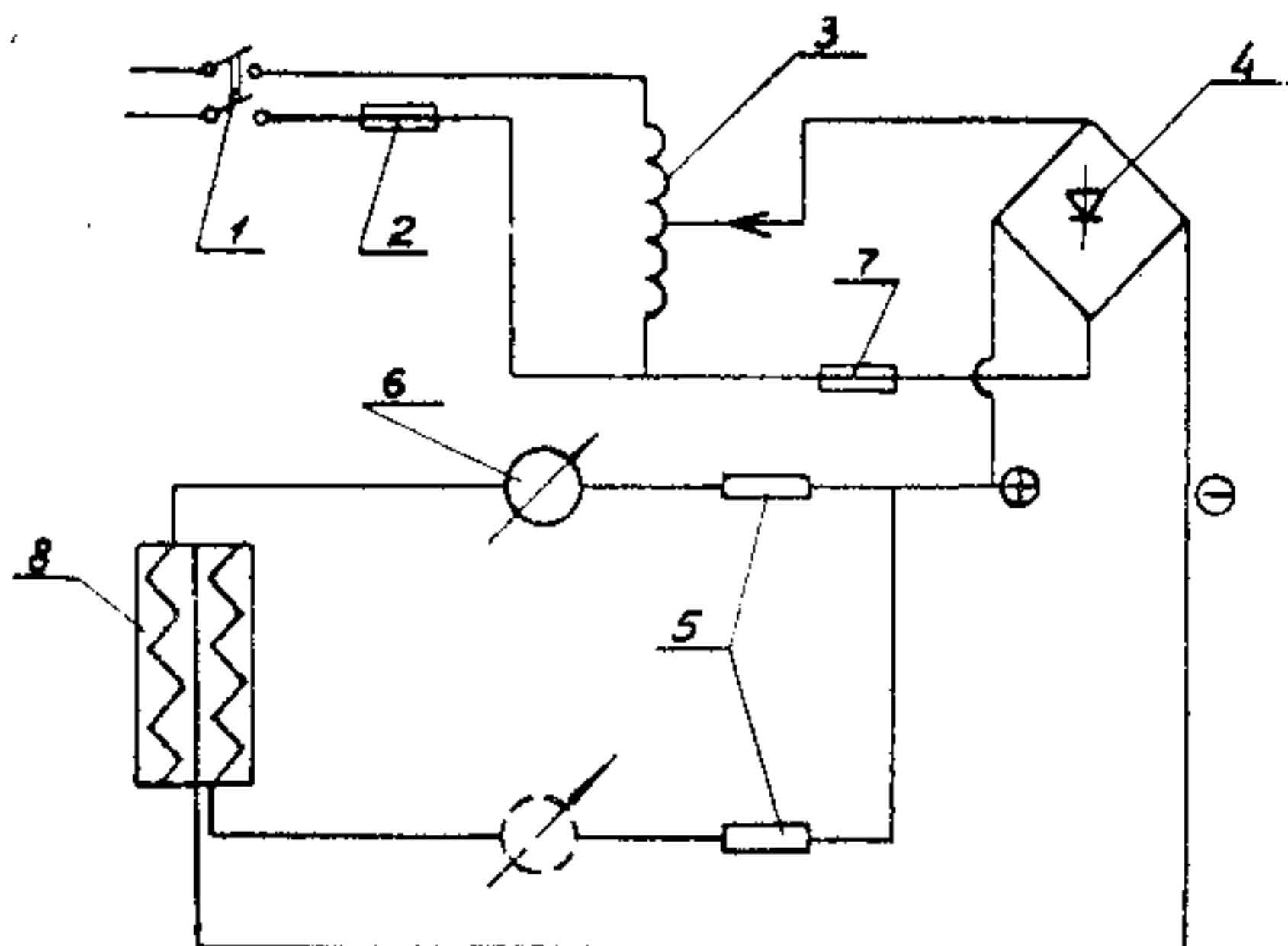
а) укрепить чувствительный элемент в строго вертикальном положении;

б) провести через канал чувствительного элемента дополнительный внешний электрод (3);

в) оголить от изоляции нижнюю часть дополнительного электрода в месте предполагаемого подсоединения его к электрической схеме;

г) верхний конец дополнительного электрода провести через центральное отверстие фторопластовой втулки (5) и сделать петлю для фиксации электрода;

д) верхний конец чувствительного элемента соединить с резервуаром с 20% раствором ортофосфорной кислоты;



Черт. 4

Вариант электрической схемы, используемой для регенерации одного чувствительного элемента

1 — выключатель, 2 — предохранитель на 2А, 3 — лабораторный автотрансформатор, 4 — диод полупроводниковый Д243, 5 — резистор 1ПЭВ-7,5—33 Ом, 6 — миллиамперметр 0—300 мА, 7 — предохранитель на 0,5А, 8 — чувствительный элемент.

е) убедиться в том, что раствор непрерывно протекает из резервуара в стакан через чувствительный элемент;

ж) подсоединить внешний электрод к отрицательному, а все электроды чувствительного элемента к положительному полюсу;

з) убедиться по выделению газа в том, что процесс электролиза протекает.

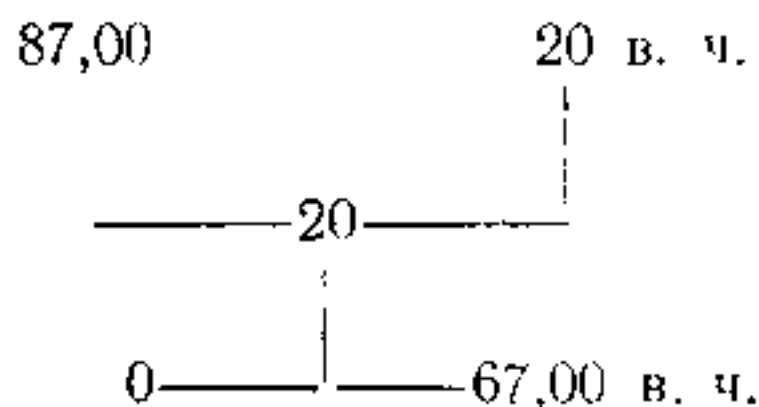
После окончания регенерации выключают источник питания, отсоединяют чувствительный элемент от общей схемы, удаляют внешний электрод. Убеждаются в том, что в канале чувствительного элемента не осталось частей изоляции от внешнего электрода и подвергают чувствительный элемент заполнению и сушке, как показано в пунктах 2.1 и 2.2.

Регенерация идет в том случае, когда внешний электрод не касается электродов чувствительного элемента.

2.4. Приготовление 20% раствора ортофосфорной кислоты

Для приготовления 20% раствора ортофосфорной кислоты, применяемой в качестве сорбента, надо использовать ортофосфорную кислоту H_3PO_4 квалификации «ХЧ».

Пример. Плотность исходной ортофосфорной кислоты при 20°С равна 1,721, что соответствует концентрации кислоты 87,00%, т. е. на 20 весовых частей ортофосфор-

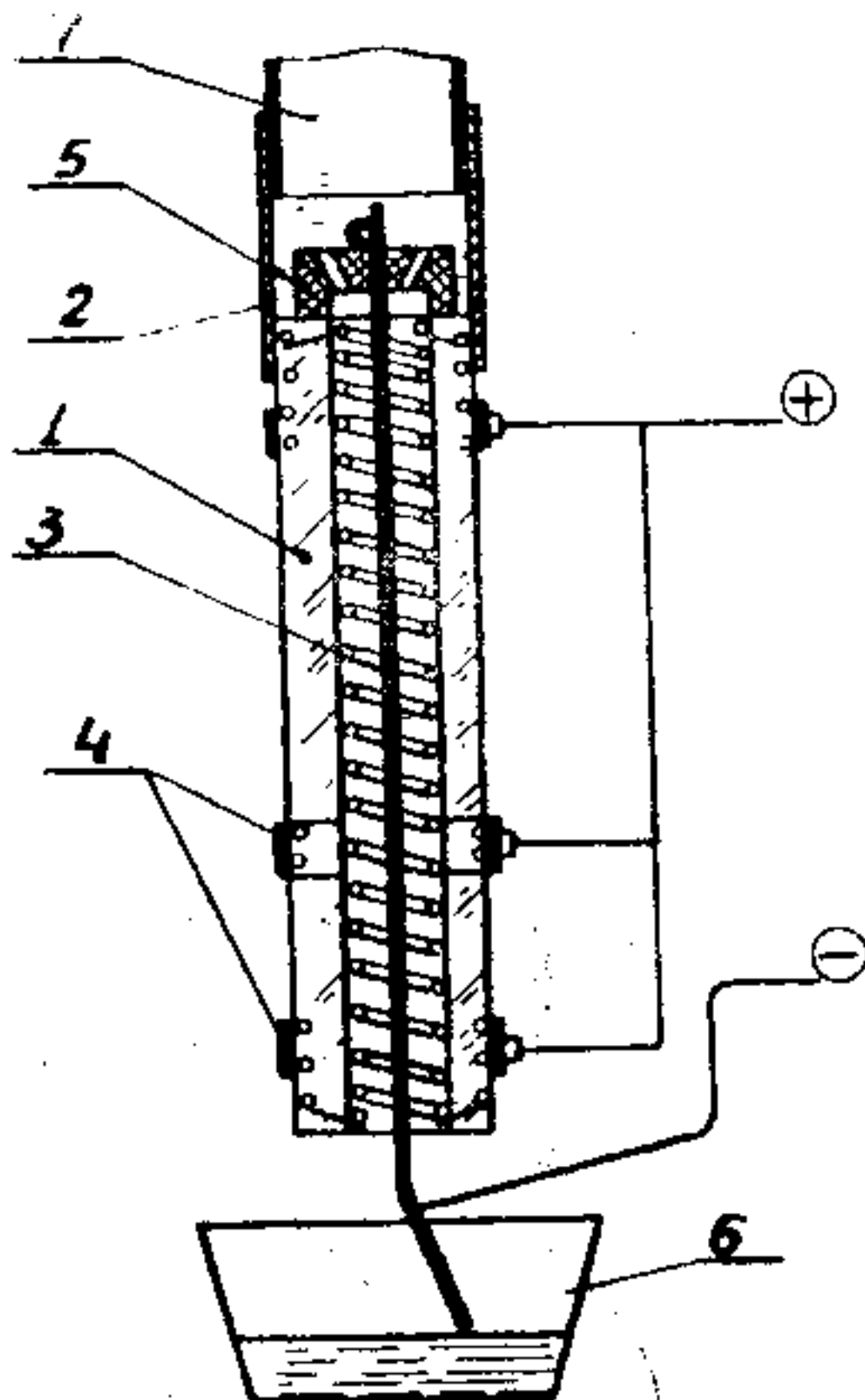


ной кислоты с плотностью, равной 1,721, необходимо взять 67,00 весовых частей дистиллированной воды. Ортофосфорную кислоту удобнее брать по объему.

В нашем случае

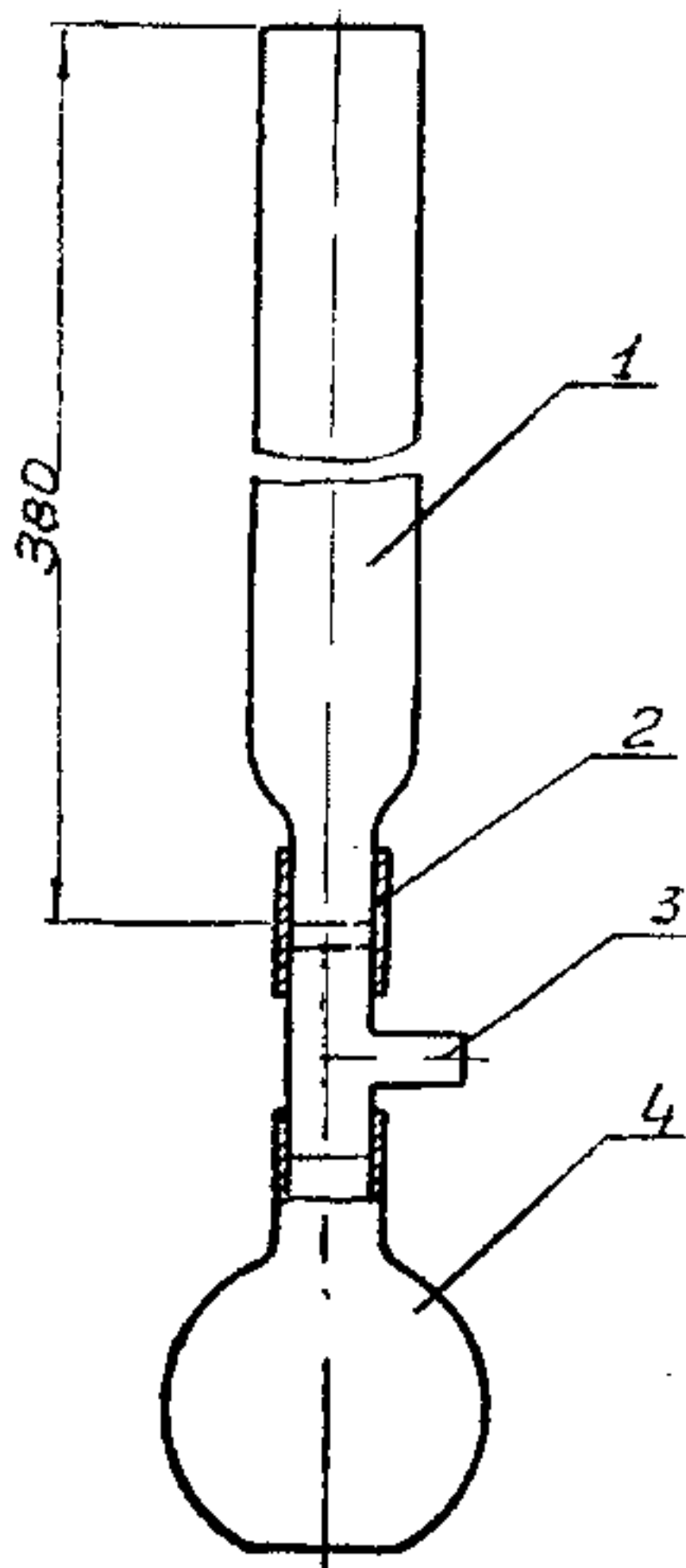
$$V = \frac{20}{1,721} = 11,7 \text{ мл, где}$$

⁹V — объем ортофосфорной кислоты квалификации «ХЧ» в мл, необходимый для приготовления 20% раствора ортофосфорной кислоты. Т. е. берут 67,00 мл дистиллированной воды и постепенно приливают 11,7 мл ортофосфорной кислоты полностью 1,721. При этом получается 78,7 мл 20% раствора ортофосфорной кислоты. Если раствора нужно получить больше, количество дистиллированной воды и кислоты увеличивают в одинаковое число раз.



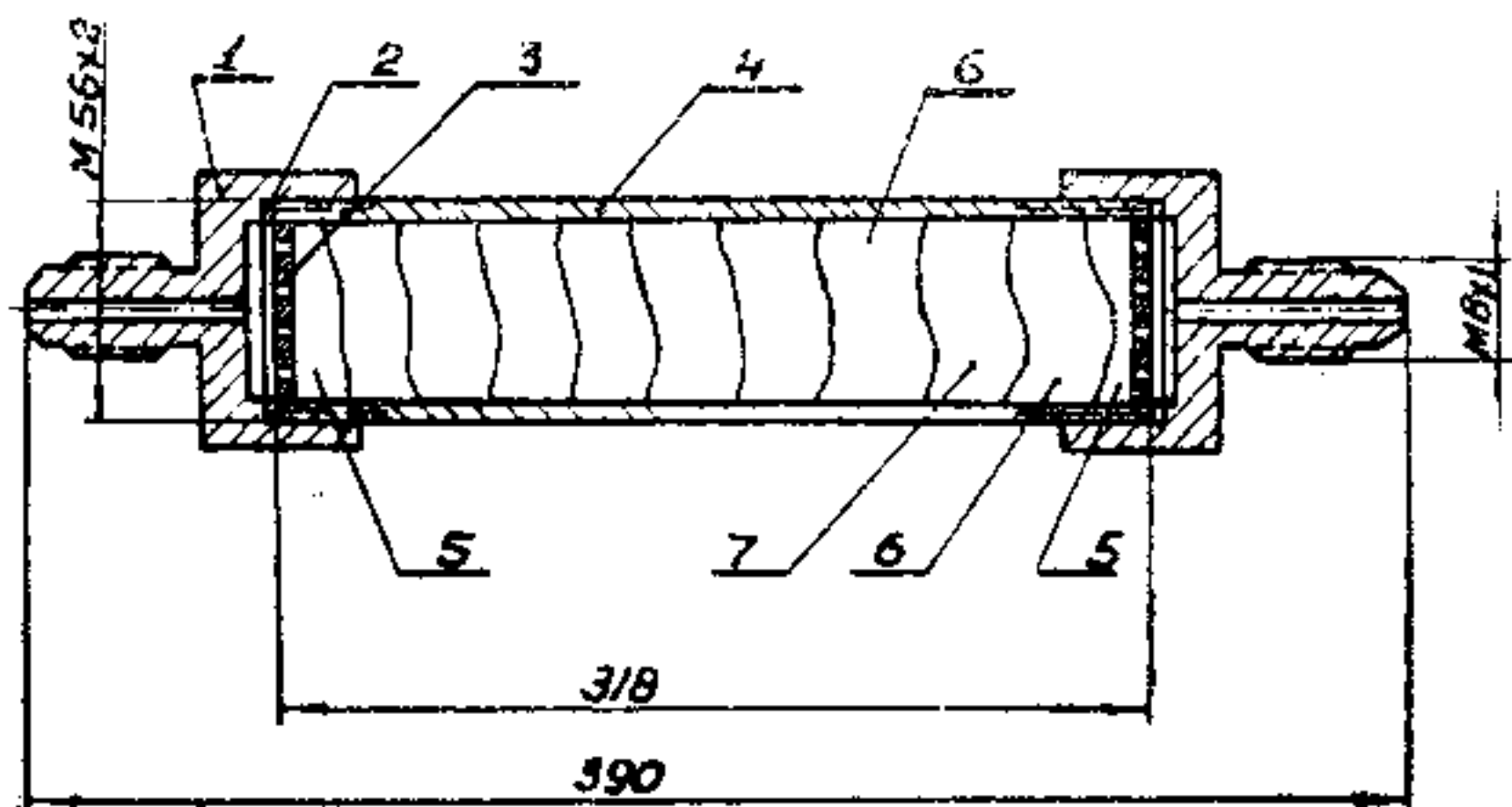
Черт. 5

Установка регенерации стеклянных чувствительных элементов
 1 — чувствительный элемент, 2 — резиновая трубка, 3 — дополнительный электрод, 4 — контактный лесенок, 5 — фторопластовая втулка, 6 — стакан, 7 — резервуар с раствором H_3PO_4 .



Черт. 6

Измеритель расхода газа пузырьковый
 1 — бюретка, 2 — трубка резиновая вакуумная, 3 — тройник,
 4 — спринцовка.



Черт. 7

Колонка осушительная

1 — штуцер, 2 — прокладка, 3 — тарелка, 4 — корпус, 5 — ткань
ФПП 15×1,5, 6 — вата стеклянная, 7 — силикагель.

При заполнении следует чередовать слой ваты поз. 6 со слоем силикагеля поз. 7.

Приложение 1

МАТЕРИАЛЫ

1. Кислота ортофосфорная квалификации «ХЧ» ГОСТ 6552-58.
2. Ткань ФПП-15-1,5 ТУ6-16-1342-69.
3. Электрод — проволока ПЭЛ 0,25 (имеется в ЗИПе).
4. Полиэтилен ПВД трубка 8×1 ТУ 183-69.
5. Вата стеклянная ГОСТ 5174-49.
6. Силикагель кусковой КСМ ГОСТ 3956-54.
7. Трубка резиновая вакуумная ТУ № 38-5-563-69.
8. Марля медицинская ГОСТ 9412-67.
9. Растворитель.

ОБОРУДОВАНИЕ

1. Стакан.
2. Воронка.
3. Штатив с держателями.
4. Колонка осушительная.
5. Измеритель расхода газа пузырьковый
6. Редуктор РДВ-5М.
7. Миллиамперметр многопредельный ($0 \div 1 - 0 \div 10$ мА).
8. Миллиамперметр $0 - 300$ мА.
9. Омметр.
10. Мегомметр М1101М СТУ 83-177-61.
11. Лабораторный автотрансформатор ЛАТР-2М;
 $0 \div 220$ в, 2 А.
12. Диод полупроводниковый Д 243 ГОСТ 14758-69.
13. Источник постоянного напряжения 10 ± 2 В.
14. Выключатель сетевой.
15. Лепесток контактный.
16. Втулка фторопластовая (имеется в ЗИПе).
17. Предохранитель ПК-30-2 ГОСТ 5010-53.
18. Предохранитель ПК-30-0,5 ГОСТ 5010-53.
19. Спринцовка.
20. Бюретка $1\text{а} - 100$ ГОСТ 1770-64.
21. Резистор МЛТ-0,125-1,8 кОм $\pm 10\%$ ГОСТ 7113-66.
22. Тройник.
23. Резистор 1 ПЭВ-7,5—33 Ом $\pm 5\%$ ГОСТ 6513-66.

Приложение 3

ПРАВИЛА ПОЛЬЗОВАНИЯ ИЗМЕРИТЕЛЕМ
РАСХОДА ГАЗА ПУЗЫРЬКОВЫМ

В спринцовку залить $75 \div 100$ мл слабого мыльного раствора. Концентрация раствора должна обеспечивать образование мыльной пены. Спринцовку с залитым раствором надеть на наконечник тройника и после этого при помощи резиновой трубки мыльный расходомер подсоединяется к штуцеру выхода газа из прибора.

Нажатием спринцовки пропустить через мерную бюретку серию мыльных пузырей для смачивания стенок, после чего приступить к измерению. С помощью секундомера оп-

разделить время прохождения мыльной пленки от нижней риски до верхней риски мерной бюретки (50 мл).

Расход газа определяется по формуле

$$G = \frac{1157 P_b}{\tau (273 + t^\circ)} \text{ см}^3/\text{мин}, \text{ где}$$

G — расход газа в $\text{см}^3/\text{мин}$.

P_b — давление барометрическое в мм рт. ст.

t° — температура воздуха в $^\circ\text{C}$.

τ — время прохождения мыльной пленки от нижней до верхней риски верхней бюретки.

Для увеличения точности измерения рекомендуется замеры производить несколько раз и брать среднее время.