

F氧传感器的性能及其正确使用和常见故障排除

刘志娟¹ 于晶² 许峰¹ 吕鸿¹ 荀其宁¹ 徐大刚¹ 陈方汀¹

(1. 中国兵器工业集团第五三研究所, 济南 250031; 2. 济南市环境保护监测站, 济南 250033)

摘要 介绍 F氧传感器的工作原理,高纯气体中痕量氧测定方法的性能比较,着重介绍 F氧传感器的正确使用、维护和常见故障的排除。

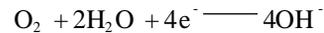
关键词 高纯气体 F氧传感器 工作原理 维护

随着我国电子工业、钢铁工业、化学工业等各个领域的飞速发展,高纯气体和特种气体的用量越来越大,其纯度要求也越来越高,其中氧含量的检测是许多高纯气体的必检项目^[1]。氧气含量的控制是目前高纯气体生产和使用过程中的一大难题^[2]。为此国内外许多厂家研制了不同原理、不同量程、不同精度的氧分析仪,以满足各种用户的需求。其中库仑电解式氧分析仪是较其它原理的氧分析仪更加完善的一种分析仪器^[1]。中国兵器工业集团第五三研究所引进的 F公司生产的传感器,可以高精度测量各种气体中的氧含量^[3],其特点是检测范围宽、性能稳定、灵敏度高、抗酸性气体干扰、使用便捷、无需更换等。以下主要介绍 F传感器的工作原理、特点、使用维护及常见故障排除。

1 F氧传感器的工作原理

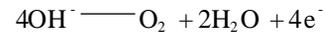
样品气体流经样气管路进入传感器,其中的 O₂分子通过 Bi-strata扩散栅后到达阴极。O₂在阴极处发生电化学反应被还原成 OH⁻:

在阴极上(碳合金,样气入口)发生的反应为:



电解液中含有氢氧化钾(KOH)以助于 OH⁻迁移至阳极。在阳极处 OH⁻被氧化重新形成 O₂分子排出。

在阳极上(铂金丝样气出口)的反应:



仪器内部提供(1.3 ± 0.01)V直流电压,加在传感器电极上,提供电子转移使用能量,驱动氧化还原反应的进行。O₂分子浓度与电子转移的数目成正比,即最终产生的电流值正比于样气中氧含量,依次计算 O₂的含量。

2 非消耗性库仑法(F氧传感器)与其它方法的性能比较

高纯气体中痕量氧的测定方法包括比色法^[4]、黄磷发光法^[5]、电化学法、浓差电池法^[6]、色谱法、质谱法、非消耗性库仑法(F氧传感器),这些方法的性能比较列于表1。

表1 不同方法测定微量氧的性能比较

性能	比色法	黄磷发光法	电化学法	浓差电池法	色谱法	质谱法	非消耗性库仑法
测量范围 / μmol · mol ⁻¹	0.5 ~ 1000	0.1 ~ 100	0.01 ~ 1 × 10 ⁶	0.01 ~ 1 × 10 ⁶	0.001 ~ 1 × 10 ⁶	0.001 ~ 1 × 10 ⁶	1 × 10 ⁻⁶ ~ 1 × 10 ⁶
方法检出限	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷ ~ 10 ⁻⁶	10 ⁻⁸ ~ 10 ⁻⁷	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸ ~ 10 ⁻⁷	10 ⁻⁹ ~ 10 ⁻⁶	10 ⁻¹²
灵敏度	一般	一般	一般	一般	一般	一般	最高
检测精度及分辨率	一般	一般	一般	一般	一般	一般	最好
仪器结构设计	结构简单,氧含量需计算得出	结构复杂,记录仪打出氧含量	结构最简单,显示屏小	结构较简单,显示屏小	结构复杂,体积大,计算机显示	结构复杂,体积大,计算机显示	结构紧凑,大屏幕显示
能否进行连续检测	否	能	能	能	能	能	能
能否同时测定其它杂质	否	否	否	否	能	能	否
传感器寿命	无传感器	5 a	3 ~ 5 a	> 10 a	> 10 a	> 10 a	> 10 a
标定频率	每次必须标定	经常标定	经常标定	经常标定	经常标定	经常标定	不需经常标定
维护工作	较多	较多	较少	较少	较多	较多	较少
应用场合	一般应用	一般应用	一般应用	一般应用	一般应用	一般应用	高精度场合

由表1可以看出,非消耗性库仑法(F氧传感器)具有灵敏度高、分辨率好、适应性强等优点,该

收稿日期: 2006-05-20

方法所使用的 F 氧传感器设计精巧、使用方便、维护简单。

3 F 氧传感器的正确使用和维护

(1) 先通气体后接通电源

仪表显示器(连接氧传感器)在接通电源前,一定要先用高纯氮气或被测样气通过氧池 10 min 左右,然后在通入样气的情况下接通仪表,以免氧池受损。

(2) 管路选材与密封

测定时,连接样气和仪表的管路一定要设计合理,尽量短;管路材质一般采用内抛光的优质不锈钢管,同时选用零死体积的连接件,而不用聚四氟乙烯管或其它橡胶管连接;连接处一定注意密封,防止空气中的高浓度氧反渗入管线和仪器内部,否则会得出偏高的数值。笔者通过试验发现,用纯聚四氟乙烯管作为管路和钢件连接,连接处很难密封,得到的数值总是偏高,特别是氧含量小于 $10 \mu\text{mol/mol}$ 的样气,测量误差较大。

要经常用检漏液对管道和阀件进行检漏,及时更换密封垫,避免出现漏点而渗入空气,影响测量的准确度。

(3) 取样管路设计及取样技巧

在测量微量氧时,为了防止大量的空气进入取样管路和氧池,缩短仪器的响应时间,在气样入口处安装了一个三通阀,如图 1 所示。

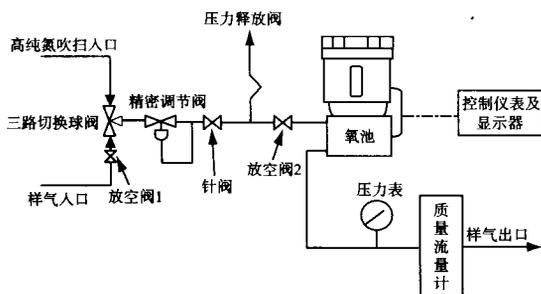


图 1 取样管路流程图

先将三路球阀切换到高纯氮气吹扫入口,放空阀 2 打开,用高纯氮气吹扫取样管路,十几秒钟即可;然后关闭放空阀 2,关闭高纯氮气,使三路球阀置于关闭位置,再打开放空阀 1,接通样气入口,用样气吹扫样气管路中的空气,大约十几秒钟后将放空阀 1 关闭,三路球阀切换到样气入口,同时放空阀 2 打开,十几秒钟后将阀 2 关闭,通过调节精密调节阀和针阀,调节好适当的流量,仪表很快就能得到一个平衡的读数。当需要检测另一个气样时,将三路球阀先置于关闭位置,打开放空阀 1,用新样气吹扫气

路,十几秒后关闭阀 1,三通阀切换到样气入口,进行测量即可。这种方法能使测量读数很快达到平衡,不仅节约测量时间,还能节约样气,尤其在测量微量氧时效果特别明显。

(4) 取样器的选择

应选择死体积尽可能小的取样器,气体减压器是最常用的气体取样器,有单级式和双级式减压两种结构,适用于瓶装气体的减压要求,其最高输入压力为 15 MPa,输出压力可调到很低(0.01 MPa 左右)。国产的这类减压器由于装有高压表和低压表,阀体存在一定的死体积,所以在取样时虽然可用样气反复清洗减压器多次,但还会有残留的氧随被测样气进入传感器,当进行微量或痕量氧检测时,这种叠加的氧往往会比被测样气中的氧量还要高,使得测量数据偏高。因此笔者采用了一款日本生产的气体减压器,其中装有高压表、低压表和微调旋钮,最高输出压力为 25 MPa,出口压力可在 $0 \sim 0.6 \text{ MPa}$ 任意调节,通过应用发现测量微量氧时这种减压器效果很好,不仅缩短了获得平衡读数的时间,而且重复性好。

(5) 定期补充蒸馏水

仪器在使用过程中,电解液中的 KOH 虽不被消耗,但电解液中的水分会被气样带走一部分,特别是在连续分析干燥的气样时,水分流失的会更快一些,因此要定期向电解池中补加二次蒸馏水或去离子水,以便使电解液的 KOH 浓度尽量保持不变。储液槽中的液面尽可能保持在“Min”和“Max”两刻线的中间位置。

注意补加水时应在停机状态下进行,补水量较多时应放置一段时间再使用;同时切记不能补加电解液!否则会损坏电极。

(6) 定期清洗传感器,及时更换电解液

从 F 传感器的工作原理分析,电解液的浓度和质量在分析测试中起着至关重要的作用。电解液一旦充注到传感器氧池中,就不能再添加电解液,只能补加蒸馏水或去离子水。仪器经过长期使用后,由于蒸馏水不纯、KOH 的纯度不高或气样中含有杂质,工作电极和防酸电极受到污染,在传感器内会析出一些颗粒状黑色沉淀物,此时应及时更换电解液并清洗传感器。更换时,首先把原电解液完全倒出,用纯净水(或去离子水)冲洗池子 3~5 遍,再加入水到“Max”液位线,连续浸泡 2~3 d,中途更换几次水,最后加入新的 F 专用电解液一瓶(100 mL)即

可。一般仪器使用 5 d 以上应该更换电解液一次,在条件允许的情况下,也可以两年更换一次;若使用次数较频繁,还可适当缩短更换周期。不能采用自配的 KOH 电解溶液,必须使用 F 的专用电解液。仪器型号不同,电解液型号也不同。

(7) 进气量的调节

进入传感器的压力不能过高(不能超过 6.89 kPa),否则就会将传感器的扩散栅击穿,所以进气时一定要用减压阀和针阀小心调节。

(8) 仪器在搬运时应注意的问题

仪器在搬运过程中倾斜角度不能过大,以免传感器内的电解液流出。一旦发生这种情况,比较稳妥的办法是将剩余的溶液全部倒掉,重新加入一瓶新的电解液。最好不用补加蒸馏水的办法,因为这种操作难以保证电解液原有的浓度。

(9) 使用具有 STAB - EL 抗酸性气体电极的氧池,在测量含有酸性气体的样气后,要及时用高纯氮气吹扫系统,排除酸性介质。

4 F 氧传感器常见故障及排除

F 氧传感器常见故障主要是仪器读数偏高,排除方法是:(1)可以采用改变气路压力即改变气体流量的方法,判断气路中是否存在漏点。具体步骤为:将盛有水的 U 形压力计接在仪器的气体出口

处,调节气路压力,使 U 形管内压差为 1 000 mm H₂O (1 mmH₂O = 9.806 65 Pa)。关闭气源,5 min 后水柱下降不超过 5 mm,说明系统气密性良好。为了保证测试系统在高压下的气密性,可以将气路压力升高到 1 500 mm H₂O,然后重复上述操作即可。如果有漏点,可以用检漏液或检漏仪找出漏点位置。

(2) 如果管路气密性良好,仪器读数仍然偏高,原因可能是内置校准曲线不合适,这时可通入各种氧含量的标准气体,重新进行校准,并输入新的校准曲线即可。

5 结语

F 氧分析仪性能优异,是测量微量、痕量氧的最佳仪器;在使用过程中要选用合适的减压器取样;选用不锈钢材质的取样管道,气路要尽量短且气密性好;要做好定期维护工作,只有这样传感器的性能才能正常发挥,同时延长传感器的使用寿命。

参考文献

- 1 张丙新.高精度氧分析仪性能简介,低温与特气,2004(5):35
- 2 赵敏,迟国新.高纯气体的分析特种气体论文汇编,2002
- 3 李崇义.第二届气体分析仪应用新技术研讨会.浅谈 F 氧分析仪的测量和维修,北京:2005,10.
- 4 GB 5831 - 86 气体中微量氧的测定,比色法.
- 5 GB/T 14852 - 93 气体中微量氧的测定,黄磷发光法.
- 6 GB 6285 - 86 气体中微量氧的测定,电化学法.

PERFORMANCE, PROPER USE AND TROUBLE SHOOTING OF F OXYGEN SENSOR

Liu Zhijuan¹, Yu Jing², Xu Feng¹, L ÜHong¹, Xun Qining¹, Xu Dagang¹, Chen Fangting¹

(1. CNGC Institute 53, Jinan, 250031 China; 2. Jinan Environmental Protection Monitoring Station, Jinan 250033, China)

ABSTRACT The working principle of F oxygen sensor was introduced. The determination methods for the trace oxygen in pure gas were compared. The proper use, maintenance and troubleshooting of F oxygen sensor were emphasized.

KEYWORDS high pure gas, oxygen sensor, working principle, maintenance

四川省基层环保局新增 245 辆检测车

不久前,四川省环保局、四川省财政厅在成都锦江大礼堂举行降重的发车仪式:四川省环保局科学运用省政府专项拨出的 5 000 万环保专款,为全省 21 市州、100 多个县级基层环保局配备了 245 辆环境监测、监察专用车辆。一次性为基层环保局配备如此多的环保专用车辆,这在全国尚属首次。

四川省环保局局长田维钊介绍,凡是有独立环保机构的基层环保局,都将配置 1~2 辆专用车。其中,成都市各区(市)县环保局因为条件较好,将各配置 1 辆专用车。据悉,这些车每辆价值 8 万余元。另外,还购买了 4 辆应急监测车,每辆价值 200 余万元,按片区分到四川各地。通过此次大规模配置,既填补了空白,又彻底改变了过去环保监测、监察人员靠两条腿走路监测、执法的历史,使四川环保能力建设又迈上了新的台阶。

(仪器信息网)

环渤海将建应急分析测试体系

不久前,北京市科学技术研究院丁辉院长透露,一个环渤海地区的应急分析测试体系正在建设之中。

丁辉介绍说,随着近年来非典、禽流感、化学危险品等各种突发性公共安全事件的不断出现,以及反恐的需求,使得应急分析体系的建设迫在眉睫。目前,我们的分析测试资源分散,未形成系统,难以满足应急的需求。应急缺乏有效系统组织,未形成专家决策系统;缺乏应对重大突发事件应急分析的资源协调机制和应急分析测试决策功能,更无调动分析测试资源的指挥系统。为此,我们正在和天津、河北、辽宁等环渤海地区的测试单位进行合作。丁辉表示,环渤海应急分析测试体系将建立大型科学仪器资源数据库和资源应用服务体系,实现仪器信息动态维护、区域内信息交汇,建立专业技术培训专家咨询库以及分析测试人员培训基地。

(仪器信息网)