

# РАЗРАБОТКА КОМПРИМИРУЮЩЕЙ ОПТИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ ДЛЯ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА ПРИ НИЗКИХ КОНЦЕНТРАЦИЯХ

*А. В. Ермохина, Е. В. Буряк, В. В. Тихонов, А. И. Гуркин*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

В настоящее время одним из перспективных методов газоанализа является метод, основанный на спектроскопии комбинационного рассеяния. Данный метод характеризуется низкой интенсивностью излучения комбинационного рассеяния света. Увеличения можно добиться искусственным увеличением концентрации молекул газовой смеси.

Целью данной работы являлась разработка компримирующей оптической ячейки, которая предназначена для увеличения концентрации молекул в объеме с анализируемой газовой смесью. В рамках данной работы был изготовлен опытный образец устройства, проведена его экспериментальная отработка. С помощью компримирующего устройства удалось увеличить давление газа контролируемой пробы в 40 раз, что позволило значительно повысить интенсивность излучения комбинационного рассеяния света и чувствительность метода.

## Введение

В настоящее время существует ряд методов анализа газовых смесей, позволяющих различать газообразные изотопы водорода. Метод спектроскопии комбинационного рассеяния света имеет ряд преимуществ перед такими методами, как хроматография, ИК-спектрометрия и масс-спектрометрия [1]:

1) работа в режиме реального времени, что дает возможность определения состава газовой смеси в замкнутом объеме в текущий момент времени.

2) определение всех молекул водорода, а также примесных газов (возможность регистрации всех молекул водорода ( $H_2$ ,  $D_2$ ,  $T_2$ , HD, HT, DT), примесных газов ( $CO$ ,  $O_2$  и т. д.);

3) возможность проведения контроля состава газа без отбора проб, при этом газ не расходует, и не образуются радиоактивные газообразные отходы;

4) проведение анализа состава газовой смеси при высоких давлениях.

5) определение состава газовой смеси в динамическом режиме (возможность определять состав газовой смеси, протекающей по трубопроводу).

К недостаткам спектроскопии комбинационного рассеяния света можно отнести низкую интенсивность излучения комбинационного рассеяния света [2]. Это затрудняет применение данного метода для анализа состава газовой смеси с низкими концентрациями компонентов.

Увеличения интенсивности излучения комбинационного рассеяния света при анализе состава газовой смеси с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света можно добиться двумя способами.

Первый способ – увеличение длины пути возбуждающего излучения в исследуемом веществе. Увеличение длины пути достигается за счет применения специальных оптических ячеек, в конструкции которых применяются зеркальные элементы, обеспечивающие многократное переотражение возбуждающего излучения в объеме, содержащем исследуемую газovou смесь.

Второй способ – искусственное увеличение концентрации молекул в объеме с анализируемой газовой смесью. Увеличение концентрации достигается путем использования специальных компримирующих устройств, которые монтируются в газовые коммуникации установок при проведении исследований методом спектроскопии комбинационного рассеяния света.

В данном докладе приведены результаты разработки компактного компримирующего устройства с целью реализации второго способа.

## Создание компримирующей оптической ячейки

Целью работы являлась разработка компримирующей оптической ячейки, которая предназначена для увеличения концентрации молекул в объеме с анализируемой газовой смесью.

При разработке устройства решались следующие технические задачи:

- 1) самоторможение привода;
- 2) повышение чувствительности метода;
- 3) мобильность устройства.

Общий вид компримирующего устройства приведен на рис. 1.

На входе газа в корпус 1 с отверстием 2 для подачи газа установлен запорный элемент 3. Внутри корпуса 1 установлен поршень 4 с эластичным уплотнением 5, соединенный с гайкой 6. Вращение гайки 6 блокируется штифтами 7, перемещающимися в продольных прорезях 8. Резьба гайки 6 находится в зацеплении с резьбой винта 9. Гайка 6 и винт 9 образуют винтовой механизм с параметрами резьбы, обеспечивающими самоторможение. Таким образом,

винт 9 установлен в корпусе с возможностью вращения без поступательного перемещения.

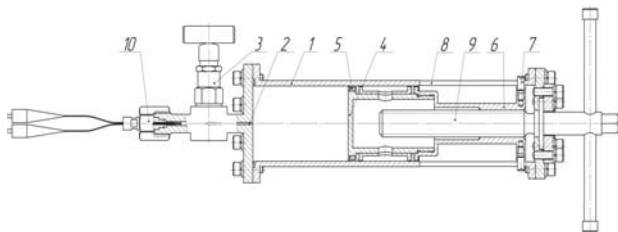


Рис. 1. Общий вид разработанного компримирующего устройства: 1 – корпус с отверстием 2 для подачи газа; 3 – запорный элемент; 4 – поршень; 5 – эластичное уплотнение; 6 – гайка; 7 – штифт; 8 – продольные прорези; 9 – винт; 10 – оптический зонд

Устройство работает следующим образом. Вращением винта 9 поршень 4 устанавливается в крайнее правое (как представлено на рис.1) положение, увеличивая объем внутренней полости до максимального. В полость корпуса 1 через запорный элемент 3 и отверстие 2 для подачи газа напускается проба анализируемого газа, запорный элемент 3 закрывается. Для выполнения экспресс-анализа пробы методами спектроскопии комбинационного рассеяния света на запорный элемент 3 устанавливается оптический зонд 10, запорный элемент 3 открывается. Вращением винта 9 поршень 4 перемещается в крайнее левое положение, уменьшая внутренний объем пробоотборника до минимального (фактически до объемов, существующих в запорном элементе), и, увеличивая давление анализируемой пробы.

Был изготовлен опытный образец устройства. Корпус и поршень изготовлены из нержавеющей стали. Внутренний диаметр корпуса равен 56 мм и его внутренняя поверхность отполирована, что обеспечивает плавный ход поршня с уплотнительными кольцами. Эластичное уплотнение – комбинированное из резины и фторопласта. Максимальный ход поршня внутри корпуса составляет 82 мм, таким образом, максимальный внутренний объем компримирующего устройства равен  $\sim 202 \text{ см}^3$ . Винтовой механизм образован парой трения бронза-сталь. Проведены расчеты, в которых выполнялись: условия прочности, условие не выдавливания смазки, условие самоторможения. Исходя из этого была назначена однозаходная трапецеидальная резьба диаметром 20 мм и шагом 4 мм, которая позволила удерживать газообразную пробу при требуемом давлении без применения дополнительных удерживающих устройств. В ходе испытания в пробоотборник подавался водород при давлении 0,1 МПа. В опытном образце удалось увеличить давление газа контролируемой пробы в 40 раз, что позволило значительно повысить точность анализа спектроскопии комбинационного рассеяния света.

Оптический зонд, предназначенный для анализа состава газовой смеси с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света, представляет собой корпус на основе стандартного штуцера  $\phi 6 \times \phi 9$ ,

выполненного из стали 12X18H10T, ввод и вывод излучения осуществляются путем вклеенного в тело штуцера набора оптических волокон. В штуцер с просверленными отверстиями вклеивалось оптическое волокно. После этого свободные концы волокна оконцовывались в оптические разъемы FC. На конечном этапе производилась полировка поверхности штуцера и поверхности каждого из оптических разъемов. Для компоновки оптических волокон в оптический зонд использовали схему 1×1, одно из волокон предназначается для подачи излучения лазера, другое для сбора спектра комбинационного рассеяния света. Внешний вид представлен на рис. 1 и 2.



Рис. 2. Общий вид оптического зонда, схема 1×1



Рис. 3. Зонд 1×1, вид спереди

### Испытания компримирующего устройства

Для определения степени сжатия газа с помощью компримирующего устройства была собрана принципиальная схема, изображенная на рис. 4.

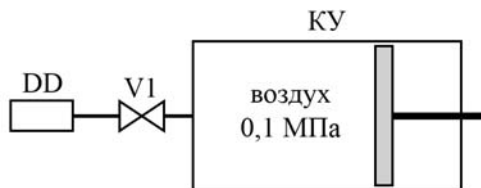


Рис. 4. Принципиальная схема для определения степени сжатия газа с помощью компримирующего устройства: КУ – компримирующее устройство; V1 – собственный вентиль КУ; DD – датчик давления

К компримирующему устройству, заполненному воздухом при давлении 0,1 МПа (1 атм), подсоединялся датчик давления DD. Объем газовых коммуника-

ций и внутренний объем датчика составляли  $\sim 5 \text{ см}^3$ . После перемещения поршня в крайнее левое положение и полного сжатия газа, давление в коммуникациях составило 4 МПа.

Для реализации спектроскопического анализа с использованием компримирующего устройства была собрана принципиальная схема, изображенная на рис. 5.

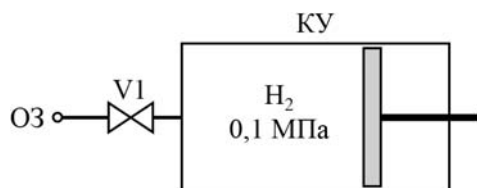


Рис. 5. Принципиальная схема для реализации метода спектроскопии комбинационного рассеяния света с помощью компримирующего устройства: КУ – компримирующее устройство; V1 – собственный вентиль КУ; ОЗ – оптический зонд.

К компримирующему устройству, заполненному водородом, подстыковывался оптический зонд. После этого производилось открытие вентиля V1. Следует отметить, что свободный объем до вентиля V1 со стороны оптического зонда не вакуумировался, поэтому можно говорить о наличии примеси воздуха в исследуемом газе (водороде) при проведении спектроскопического анализа. В ходе испытания водород, находящийся в объеме компримирующего устройства при давлении 0,1 МПа, сжимался до величины давления 4 МПа, при этом производилась регистрация спектра комбинационного рассеяния света. Зарегистрированный спектр комбинационного рассеяния света (пик  $Q_1(1)$  протия) приведен на рис. 6.

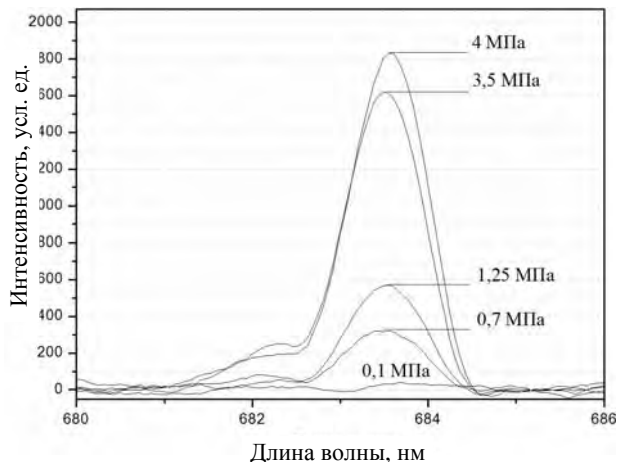


Рис.6. Спектр комбинационного рассеяния света (пик  $Q_1(1)$  протия, зарегистрированный в ходе сжатия газовой пробы с помощью компримирующего устройства

Из рис. 6 видно, что в процессе компримирования газовой пробы, находящейся в КУ, происходит значительный рост интенсивности пика  $Q_1(1)$  протия [3, 4].

На разработанное компримирующее устройство в УИСНТИ было направлено техническое решение.

## Заключение

В результате выполнения данной работы была разработана и изготовлена компримирующая оптическая ячейка низкого давления. С помощью данной кюветы удалось увеличить давление газа контролируемой пробы в 40 раз, что позволило значительно повысить интенсивность излучения комбинационного рассеяния света и чувствительность метода.

При использовании компримирующего устройства достигнут следующий технический результат:

- возможность удерживания газообразной пробы при требуемом давлении без применения дополнительных удерживающих устройств;
- повышение чувствительности метода;
- мобильность устройства.

Следует отметить, что увеличение интенсивности излучения комбинационного рассеяния света путем искусственного повышения концентрации молекул в исследуемой газовой смеси не применимо к газовой смеси изотопов водорода содержащим тритий, так как при работе с ним давление не должно превышать 1 атм.

Для анализа состава газовой смеси, содержащих все изотопы водорода, необходимо использовать спектроскопические ячейки специальной конструкции, в состав которых входят переотражающие зеркальные элементы.

Созданное компримирующее устройство показало свою работоспособность и в дальнейшем может применяться для проведения спектроскопического анализа состава газовой смеси при низких давлениях с помощью метода спектроскопии комбинационного рассеяния света.

## Литература

1. Kenji Okuno, Tatsuhiko Uda et al., J. Nucl. Sci. Technol. Vol.28, No 6, 509-516 (June 1991).
2. McCreery R.L. Raman spectroscopy for chemical analysis: Chemical analysis: vol. 157 / J.D. Winefordner (ed.). – New York: John Wiley & Sons Inc, 2000. – 437 p. – ISBN 0-471-25287-5.
3. Сайдов Г. В., Свердлова О. В. Практическое руководство по молекулярной спектроскопии. Л: Изд-во Ленингр. ун-та, 1980. С. 136
4. М. А. Ельяшевич. Атомная и молекулярная спектроскопия. Изд. 2-е. – М.: Эдиториал УРСС, 2001, 896 с.