

УДК 535.375.56

Разработка компримирующей оптической ячейки для спектроскопических исследований газовых смесей изотопов водорода при низких концентрациях

**А. В. Рыжухина, Е. В. Буряк, В. В. Тихонов,
О. А. Тивикова, А. И. Гуркин**

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров, Нижегородская обл., Россия
arkad@triton.vniief.ru

Одним из наиболее перспективных методов газового анализа смесей изотопов водорода является метод спектроскопии комбинационного рассеяния света. Основными преимуществами данного метода являются возможность проведения анализа в режиме реального времени и отсутствие необходимости отбора пробы газа для анализа. Недостатком метода является низкая интенсивность излучения комбинационного рассеяния света, что делает затруднительным обнаружение компонентов газовой смеси с малой концентрацией. Увеличения интенсивности регистрируемого сигнала можно добиться путем искусственного увеличения концентрации молекул компонентов 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

Основными преимуществами спектроскопии комбинационного рассеяния света перед такими методами, как хроматография, ИК-спектрометрия

и масс-спектрометрия являются [1]: безотборность, работа в режиме реального времени, возможность регистрации всех молекулярных форм водорода, а также примесных газов (CO , O_2 и т. д.).

К недостаткам спектроскопии комбинационного рассеяния света можно отнести низкую интенсивность излучения комбинационного рассеяния света [2]. 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 газовую смесь.

Второй способ – искусственное увеличение концентрации молекул D 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 направления, описанного выше.

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) отсутствие лишних объемов в местах оптических вводов;
- 2) условие самоторможения привода;
- 3) мобильность устройства.

Общий вид компримирующего устройства [3] 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.

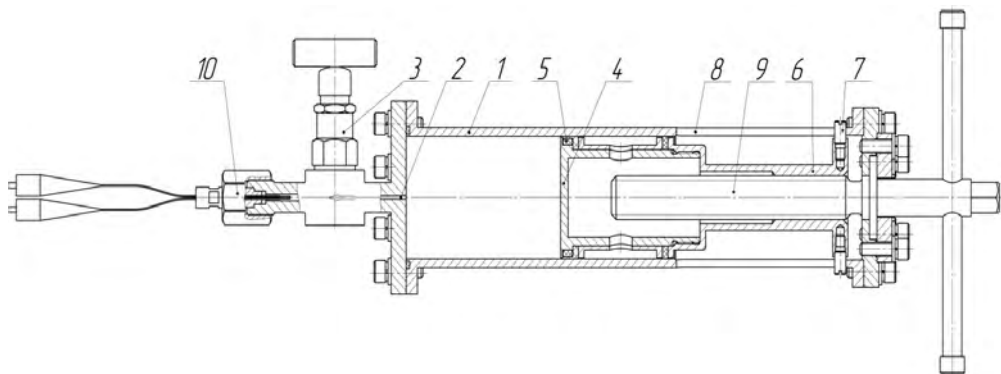


Рис. 1. Общий вид разработанного компримирующего устройства: 1 – корпус с отверстием 2 для подачи газа; 3 – запорный элемент; 4 – поршень; 5 – эластичное уплотнение; 6 – гайка; 7 – штифт; 8 – продольные прорези; 9 – винт; 10 – оптический зонд

Устройство работает следующим образом. Вращением винта 9 поршень 4 устанавливается в крайнее правое (как представлено на рисунке) 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 $\approx 202 \text{ см}^3$. Винтовой механизм образован парой трения бронза-сталь, резьба однозаходная трапецеидальная диаметром 20 мм и шагом 4 мм. 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 $\text{Ø}6 \times 9$, выполненного из стали 12X18Н10Т, ввод и вывод излучения осуществляются путем вклеенного в тело

штуцера набора оптических волокон. В штуцер с просверленными отверстиями клеивалось 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 использовалась схема 1×1 , одно из волокон предназначается для подачи излучения лазера, другое для сбора спектра комбинационного рассеяния света. Внешний вид представлен на рис. 2, 3.

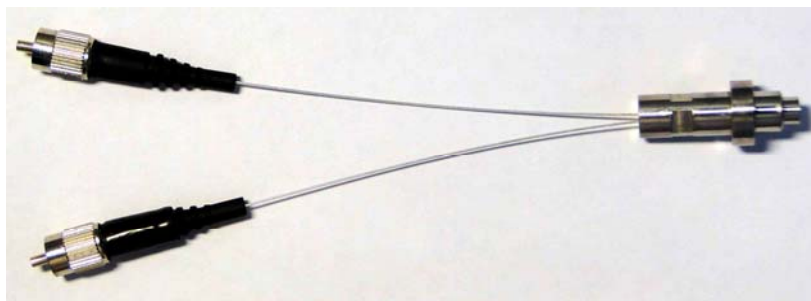


Рис. 2. Общий вид оптического зонда, схема 1×1



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.

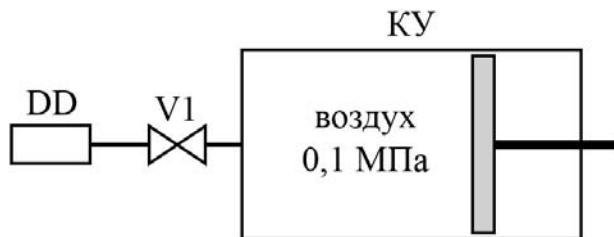


Рис. 4. Принципиальная схема для определения степени сжатия газа с помощью компримирующего устройства: КУ – компримирующее устройство; V1 – собственный вентиль КУ; DD – датчик давления Wika (4 МПа)

К компримирующему устройству, заполненному воздухом при давлении 0,1 МПа (1 атм), подсоединялся датчик давления DD. Объем газовых коммуникаций и внутренний объем датчика составляли $\approx 5 \text{ см}^3$. 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.

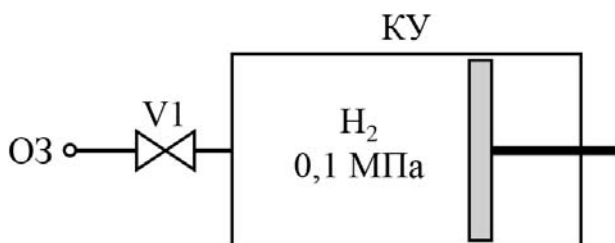


Рис. 5. Принципиальная схема для реализации метода спектроскопии комбинационного рассеяния света с помощью компримирующего устройства: КУ – компримирующее устройство; V1 – собственный вентиль КУ; ОЗ – оптический зонд

К компримирующему устройству, заполненному водородом, подстыковывался оптический зонд. После этого производилось открытие вентилей V1. Следует отметить, что свободный объем до вентилей 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 $Q_1(1)$ против) приведен на рис. 6.

Из рис. 6 видно, что в процессе компримирования газовой пробы, находящейся в КУ, происходит значительный рост интенсивности пика $Q_1(1)$ против [4, 5].

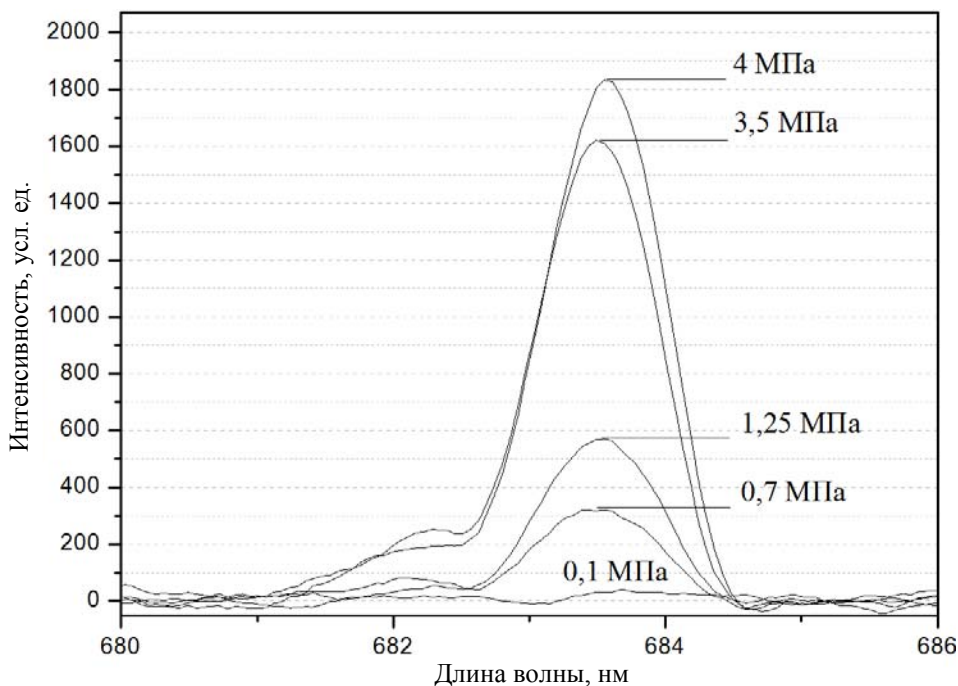


Рис. 6. Спектр комбинационного рассеяния света (пик Q₁(1)) против, зарегистрированный в ходе сжатия газовой пробы с помощью компримирующего устройства

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:

- отсутствие лишних объемов в местах оптических вводов, что делает ее применимой для анализа состава газа в потоке;
- возможность удерживания газообразной пробы при требуемом давлении без применения дополнительных удерживающих устройств;
- 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 изото-

пы 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.

На разработанное компримирующее устройство получен патент.

Список литературы

1. Okuno K. et al. Development of in-situ gas analyzer for hydrogen isotopes in fusion fuel gas processing // Journal of Nuclear Science and Technology, 1991, vol. 28, N 6, 509–516.
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. Патент на ПМ № 177697. Устройство для отбора пробы газа / В. В. Тихонов, Е. В. Буряк, А. И. Гуркин, А. В. Ермохина; заявитель и патентообладатель Гос. корпорация по атомной энергии «Росатом» ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ». – опубл. 06.03.2018.
4. Сайдов Г. В., Свердлова О. В. Практическое руководство по молекулярной спектроскопии. Л: Изд-во Ленингр. ун-та, 1980, 136 с.
5. Ельяшевич М. А. Атомная и молекулярная спектроскопия. Изд. 2-е. – М.: Эдиториал УРСС, 2001, 896 с.

Development of compressing optical cell for spectroscopic research of hydrogen isotope gas mixture at low concentrations

A. V. Ryzhukhina, E. V. Buryak, V. V. Tikhonov, O. A. Tivikova,
A. I. Gurkin

Russian Federal Nuclear Center – All-Russian Research Institute
of Experimental Physics, Sarov, Nizhny Novgorod region, Russia
arkad@triton.vniief.ru

Technique based on Raman scattering spectroscopy is one of the promising tools of gas analysis nowadays. This technique is characterized by low intensity of Raman light scattering radiation. Artificial increase in molecular concentration of gas mixture can give rise to the intensity.

Purpose of the work is to develop a compressing optical cell which is designed to increase the concentration of molecules in volume with gas mixture under analysis. As part of the work, an experimental prototype of the device has been manufactured and the experimental adjustment has been carried out. The compressing device has helped to increase the gas pressure in a control sample by 40 times enabling a significantly increase in the radiation intensity of Raman light scattering and sensitivity of the technique.