

Отчет по испытаниям. (предварительный)

13.09.2013г.

Цель: Проверка работоспособности сенсоров на кислород и газоанализаторов на их основе при контроле азотно - гелий – кислородных смесей (КАГС), используемых в барокамерах.

Постановка задачи: При испытаниях барокамеры на которой установлены стационарные газосигнализаторы «Комета-М» с сенсорами кислорода (O_2) и углерода диоксида (CO_2) наблюдалось завышение показаний по кислороду (устное сообщения с испытаний катера). Сообщение от потребителя следующее:

{Работа ведется по ПВС ВМФ-2002 часть 3. Проверка возможности создания в барокамере кислородно-азотно-гелиевой среды (п.п. 4.3.1.24.Программы).

Для создания в барокамере КАГС давление повышают воздухом, а затем гелием. Расчет избыточного давления газовой среды в отсеке для приготовления КАГС с необходимой концентрацией производится по формуле:

$$P \text{ изб. возд.} = P \text{ абс.} \times K - 1,0 \text{ (кгс/см}^2\text{);}$$

где $P \text{ абс.} = 11$ – расчетное абсолютное давление в барокамере, кгс/см²;

K – коэффициент. $K = 0,5$ - при создании 10 % КАГС, $K = 0,33$ – при создании 7 % КАГС;

1 – атмосферное давление, кгс/см².

Время приготовления КАГС должно составлять не более 30 мин.

Результаты проверки считаются положительными, если обеспечивается подача гелия в барокамеру и создание КАГС необходимого состава.

(По результатам расчета для создания в барокамере 7% КАГС, изначально подняли в ней давление воздухом до 23 метров (2,3 кгс/см²), далее до 100 метров (10 кгс/см²) поднимали давление гелием). «Комета-М» после подъема давления до 100 м показал правильное значение 7,1 %, затем через 1-2 мин показания стали расти, и остановились около. 12,1-12,2%.

Аналогично - подъем давления от атмосферного в отсеке до 10 м. в. ст ГЕЛИЕМ даёт нам 10% смесь - показания через 1 мин "уехали" до 15%.}

Комментарии: нет данных по динамике процесса- скорости нарастания давления в камере и однородности состава в камере. Объем камеры неизвестен. Неизвестны детали работы – например: включали вентилятор внутри барокамеры или нет (устно заверили что включался), температура и влажность газа и т.д.

Надо снять приборы и привезти на испытания или снять память в них и прислать для расшифровки.

Необходимо проверить экспериментальным методом возможные причины отклонений в показаниях и дать предложения по устранению погрешности измерения.

Несмотря на только устные заявления и отсутствия записи данных с газоанализаторов необходимо проверить возможные причины.

Место испытаний: г. Москва, ОАО «НПП «Дельта», испытательная газовая лаборатория.

Аппаратура для измерений и испытаний:

1. Газосмесительная установка МИКРОГАЗ-Ф № 10024
2. Баллон с гелием марки «А» под давлением 150 атм.
3. Редуктор БКО-50.
4. Буферная камера объемом 1675 см³ с внутренним вентилятором для перемешивания газовой смеси.
5. Часы
6. Силиконовые шланги для подачи газа к прибору от баллона и газосмесительной установки длиной до 1,5м диаметр 4мм внутренний, тройник.
7. Газосигнализаторы серии ИГС-98 модель «Комета-М» 2 шт. с внутренней памятью. Запись показаний каждые 12 с. Номер приборов 12092 и 10630. Сенсоры установлены внутри газосигнализатора в штатные гнезда.

Объект испытаний:

Сенсоры на кислород

Таблица 1

Название в приборе	Название заводское	Комментарии
O2№1	O2A3	2х электродный электрохимический
O2№2	O2A3	2х электродный электрохимический
O2№3	O2A3	2х электродный электрохимический
O2№4	O2A3	2х электродный электрохимический
O2№5	Оксик-3	3х электродный на матричных полимерных материалах
O2№6	Lumin Ox	лиминисцентный
O2№7	Тип D-05 партия 41 00 55 сер. номер 50138	электрохимический

Сенсоры с № 1 по № 7 электрохимические четырех фирм изготовителей. № 1-4 от компании «ALFASENS» Англия. №5 – от компании «Оксоний», Россия, С-Петербург. №6 люминисцентный от компании ,Ирландия №7 от компании Саланда www.regionznak.de. ООО "Регионзнак" 111399, г. Москва, ул. Металлургов, д. 33/2 140000, Московская обл., г. Люберцы Октябрьский проспект, 127 Тел.: 8 (495) 554-74-74, Факс: 8 (495) 503-11-22, E-Mail: info@regionznak.de.

Методика проведения испытаний:

Сенсоры были установлены в двух газосигнализаторах «Комета-М» в штатной схеме. Буферная камера (емкость) продувалась атмосферным воздухом. Гелий в буферную камеру подавался через генератор газовых смесей Микрогаз-Ф, с возможностью электронной регулировки расхода. Гелий поступал в буферную камеру, где перемешивался с воздухом, причем концентрация падала по экспоненциальному закону. Значение концентрации получали расчетным способом. С буферной камеры газовая смесь поступала через тройник на два прибора одновременно. Проверили также проверку и при последовательном подключении приборов для проверки задержки в показаниях сенсоров. Дренаж осуществлялся на улицу. Скорость потока гелия – сначала 300, а затем 100 см³/мин, объем буферной емкости 1675см³. Исходное содержание кислорода в воздухе - 20,9 % об. Запись результатов производили на сменную ММС карточку с последующим чтением на ПК. Обработка данных в программе «ORIGIN» версия 8. На азоте проверили сенсоры при тех же условиях проведения эксперимента. (Расход 100 см³/мин).

Проверяемые предположения:

1. Отклонение от линейной характеристики выходного сигнала электрохимического сенсора кислорода в присутствии гелия возможны, если гелий влияет на диффузию газов через газоразделительную мембрану сенсора.

Для проверки этого предположения надо получить:

- линейность или нелинейность характеристики на всем диапазоне измерения в присутствии гелия и азота, отдельно для гелия и азота;
- влияние скорости перехода смеси с азота на гелий (динамические характеристики сенсора);
- влияние других газов при идентичных условиях эксперимента;
- особенности поведения сенсоров разных производителей в идентичных условиях работы и испытаний.

2. Возможно, имеется влияние времени перемешивания газовой смеси внутри барокамеры. Для этого проверить систему газового тракта с барокамеры на прибор – наличие редуктора или только дросселя, присутствие тупиковых полостей и т.д.
 3. Другая возможная причина - запаздывание в перемешивании газов внутри барокамеры.
 4. Возможно и неправильная подача газа на приборы – не через редуктор, а через дроссель – тогда в приборе будет неодинаковое давление и, следовательно, показания меняются пропорционально входному давлению, т.к. сенсоры чувствительны к давлению.
 5. Возможно и локальное охлаждение смеси после дросселирования, и как следствие локального охлаждения сенсоров с появлением «температурного шока».
- Комментарии специалиста:

{Второй Ваш вопрос не очень понятен. Непонятно какая это погрешность в измерении кислорода: абсолютная, приведённая или относительная. Гелий не влияет на показания электрохимического датчика. При методе дросселирования датчик кислорода не подвергается воздействию высокого давления и в его показаниях отсутствует дополнительная погрешность от давления. Остаётся только температура. Вероятно, в газовой линии прибора «Комета-М» барокамеры «Дайвтехносервиса» на газодиффузионную мембрану кислородного сенсора подаётся анализируемый газ, охлаждённый после дросселя, а цепь термокомпенсации, находящаяся около электрического разъёма датчика, имеет температуру окружающей среды. При этом прибор должен занижать показания. Такой же эффект первоначального температурного разбаланса наблюдается в случае, если взять в тёплую руку кислородный сенсор при включенном приборе....."}

РЕЗУЛЬТАТЫ.

Проверка первого предположения о влиянии гелия на работу сенсора кислорода при непрерывном замещении воздуха гелием.

Результаты испытаний 12.09.2013:

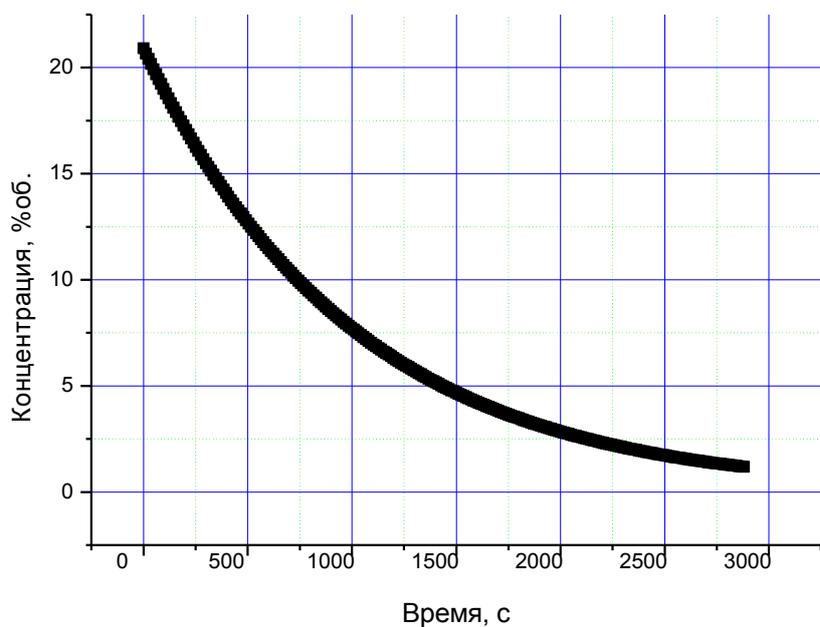


Рис. 1 Расчетная концентрация кислорода в смеси, подаваемой на сенсоры. При скорости подачи гелия 100 см³/ мин

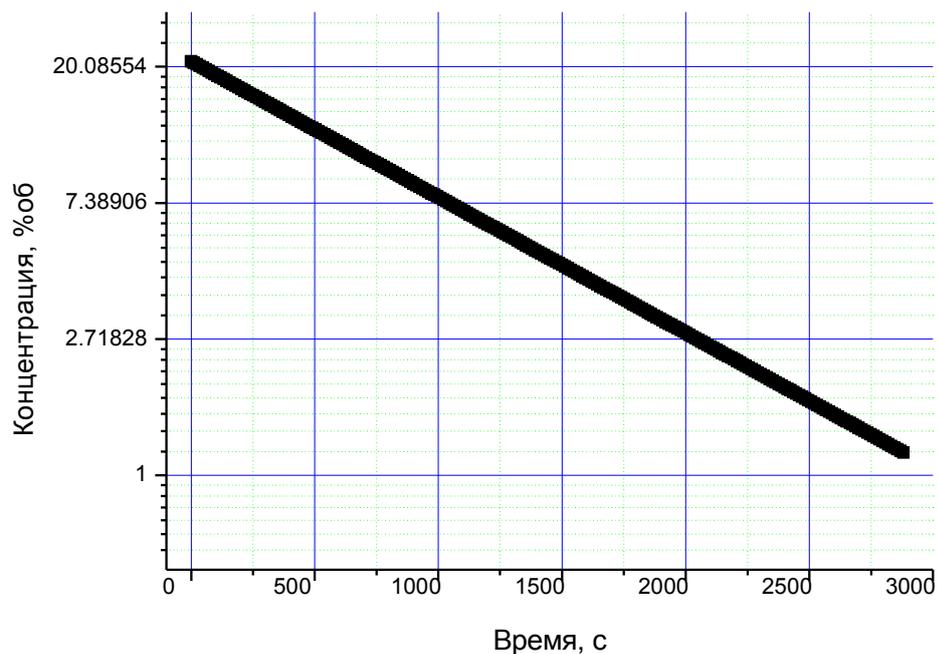


Рис. 2 Расчетная концентрация кислорода в смеси, подаваемой на сенсоры в логарифмических координатах.

Результаты показаний шести сенсоров и расчетная концентрация кислорода представлены на рис 3

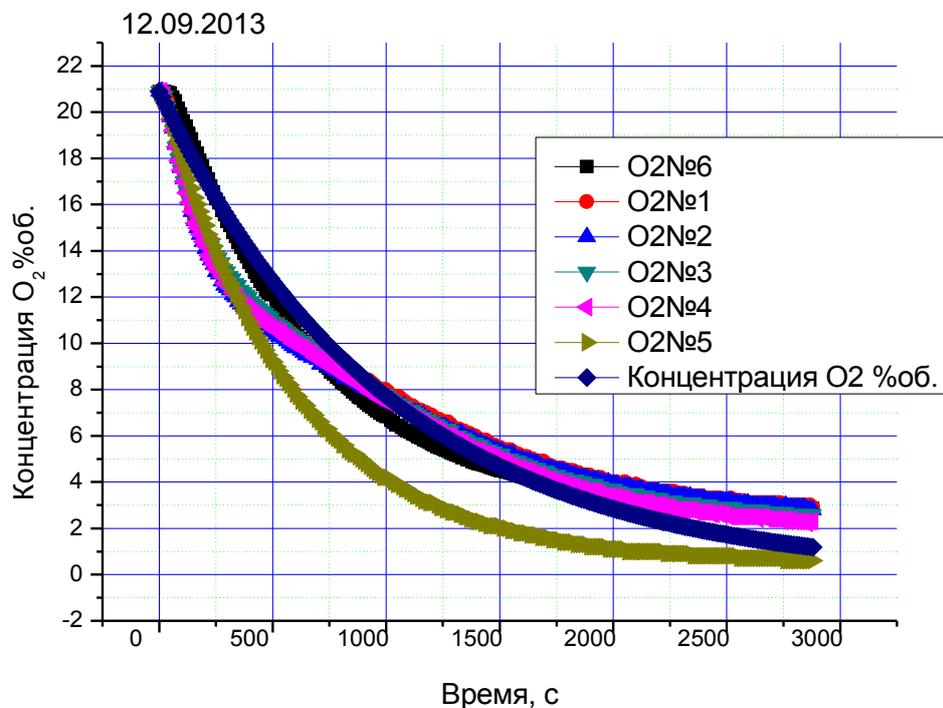


Рис 3 Исходные данные по показаниям приборов. Начало подачи гелия – 9 часов 39 минут. Номера сенсоров соответствуют номерам в таблице 1. Наблюдаем различие в поведении сенсоров, видимо объясняемое различием в конструкции сенсоров.

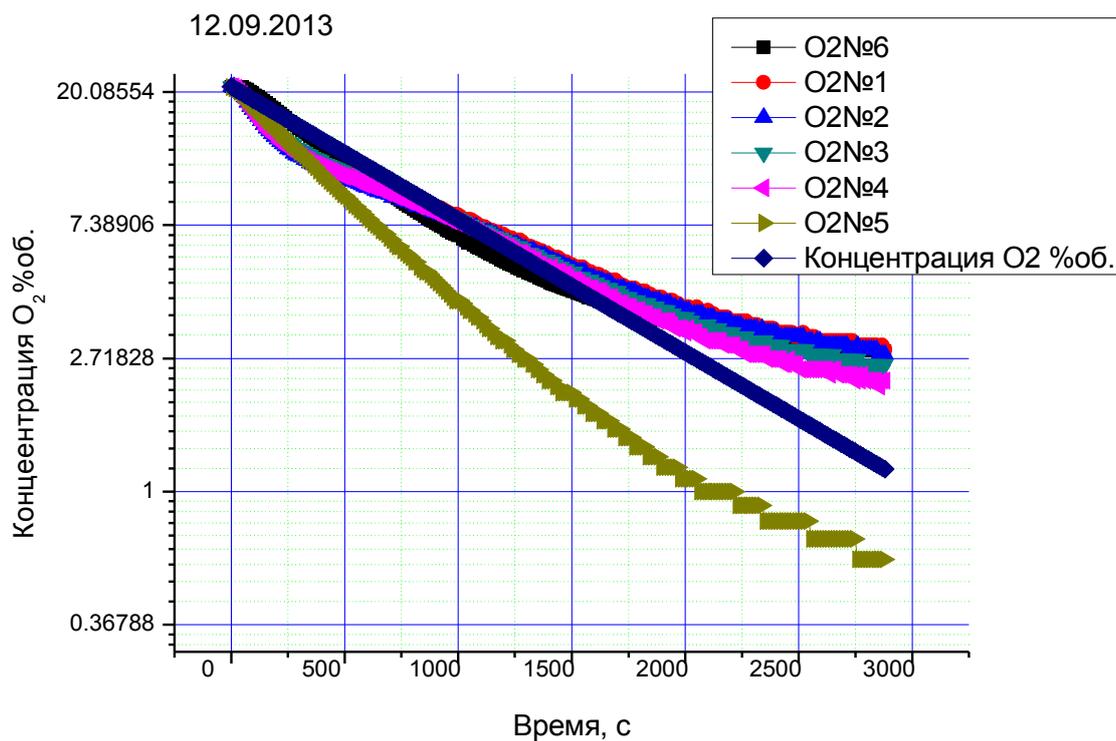


Рис. 4 Тот же график, но в логарифмическом масштабе. Видно что сенсор № 5 «Оксик-3» имеет хорошую линейность но дает занижение результатов. Сенсоры производства Альфасенс имеют изгиб в районе 12-9% об – видимо из-за компенсации скорости подачи кислорода внутри сенсора

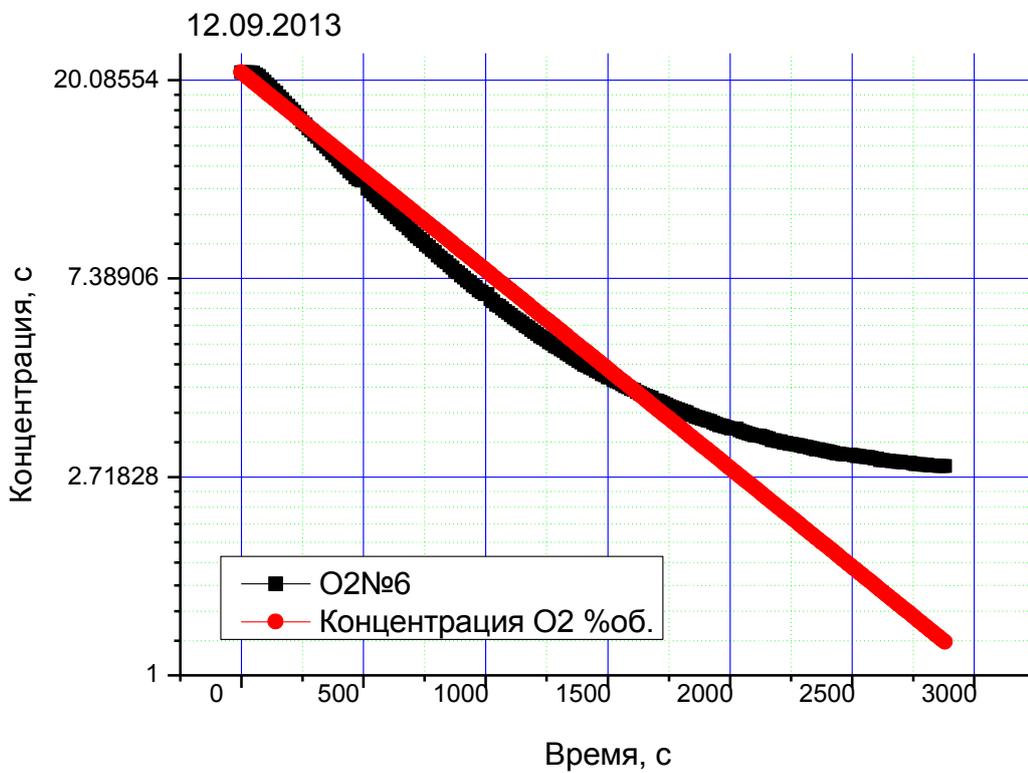


Рис.5 Люминисцентный сенсор №6 имеет нелинейную характеристику что легко объяснимо из-за сложного пересчета данных встроенным микропроцессором внутри сенсора. Проверить его линейность в азоте.

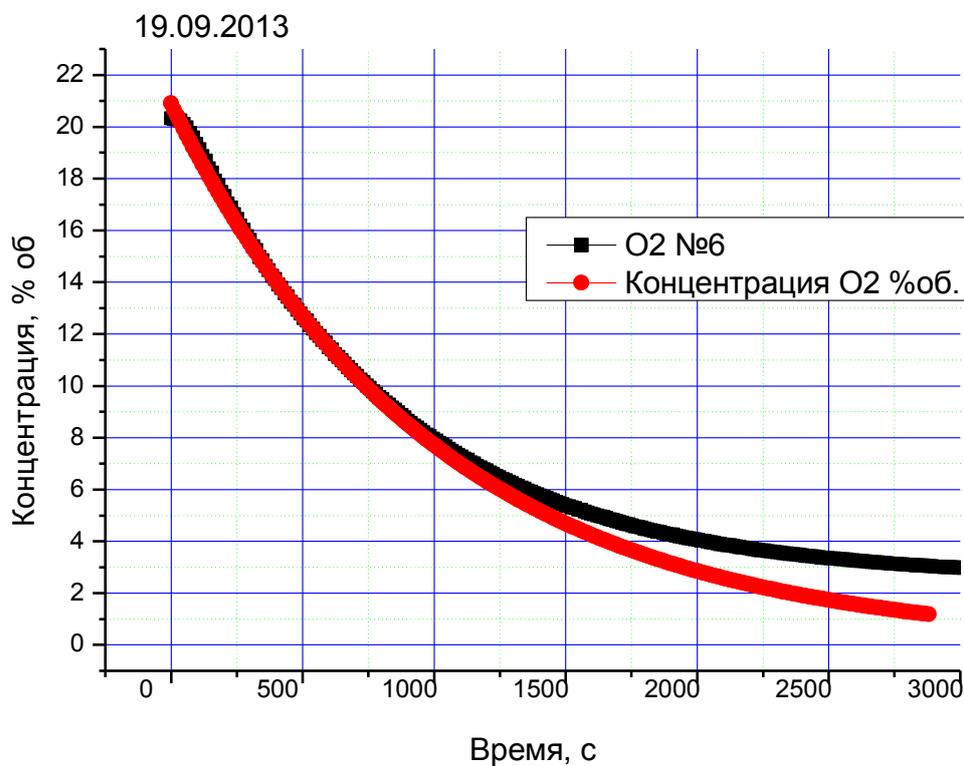


Рис.6 Линейность сенсора в азоте намного лучше, но измерение ниже 5 % об дает повышенную погрешность.

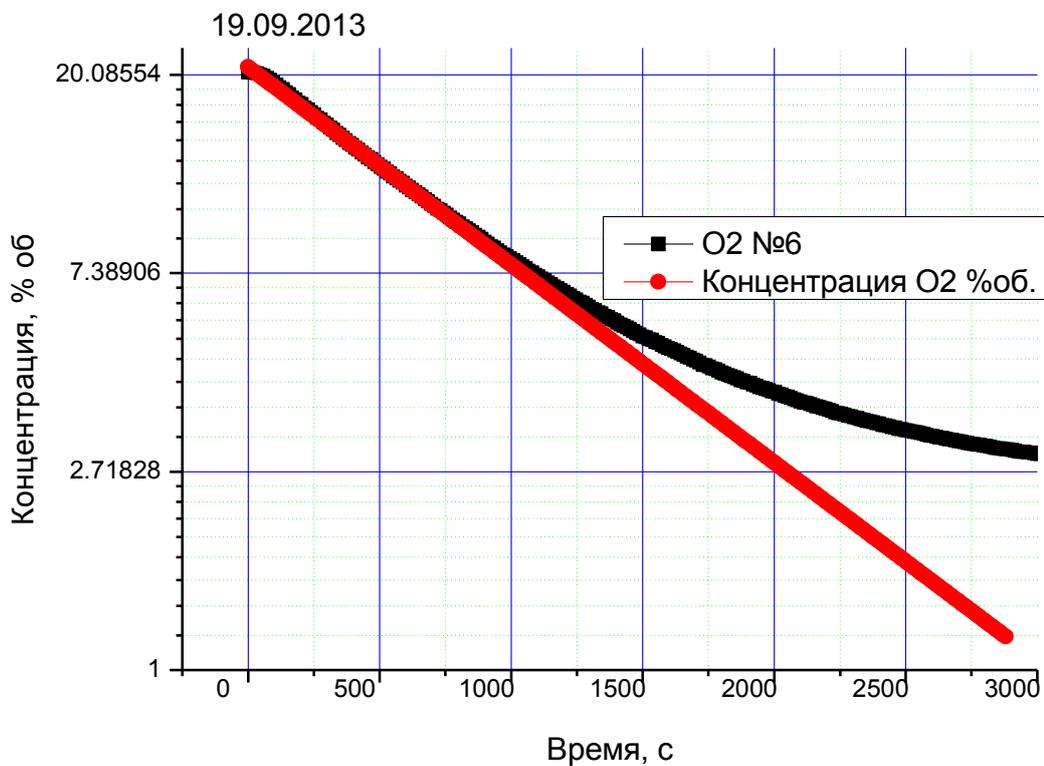


Рис. 7 В логарифмическом масштабе расходимость реальной и теоретической кривой намного лучше видна.

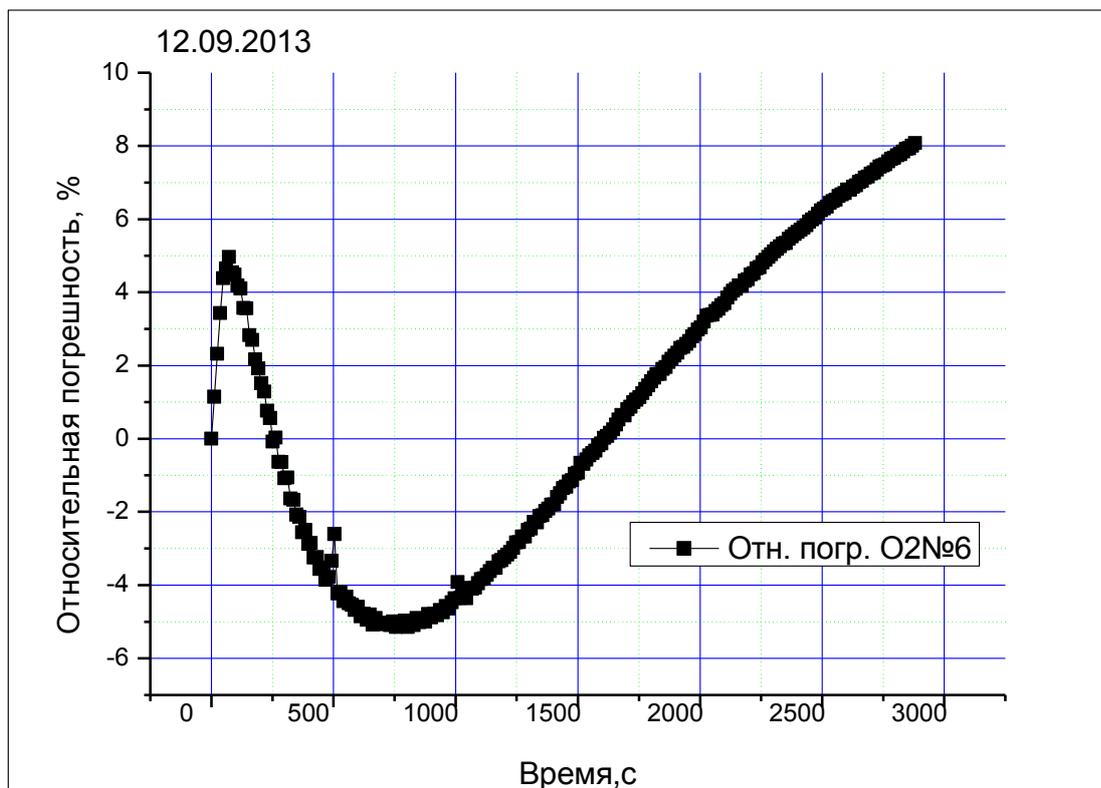


Рис. 8

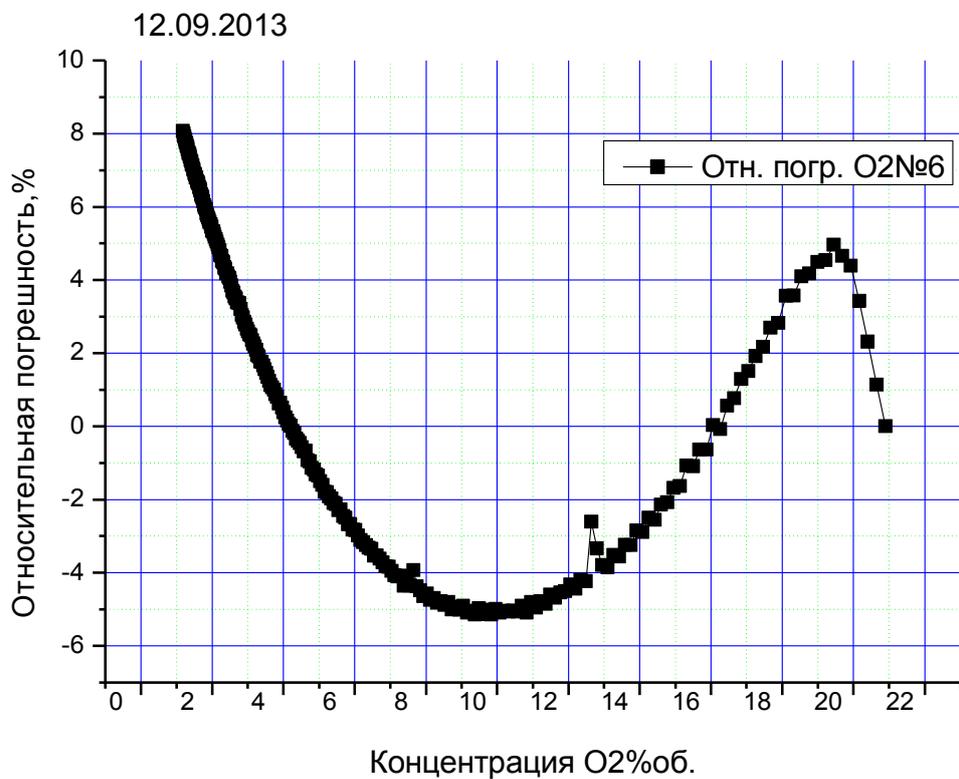


Рис.9

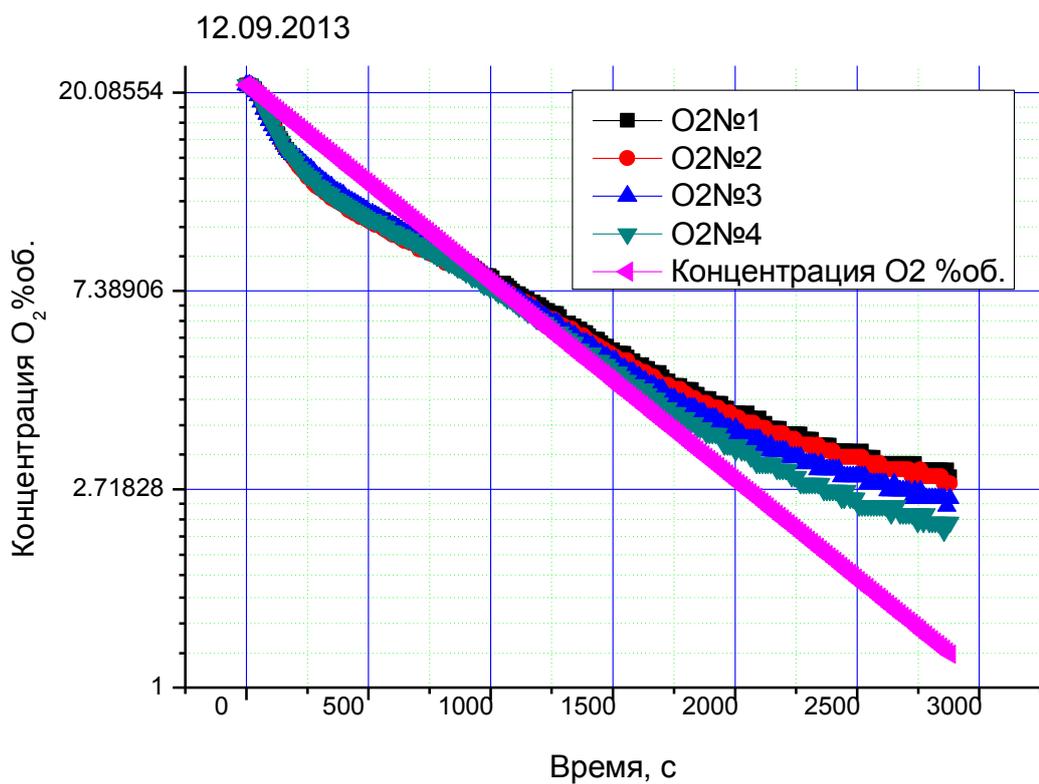


Рис. 10

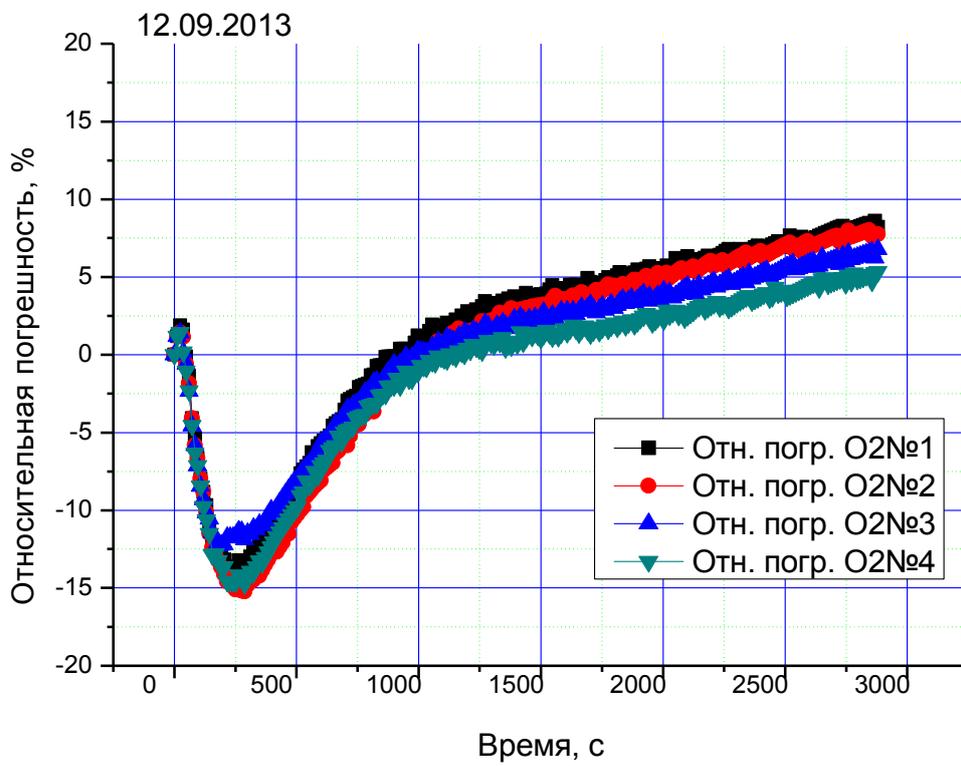


Рис.11

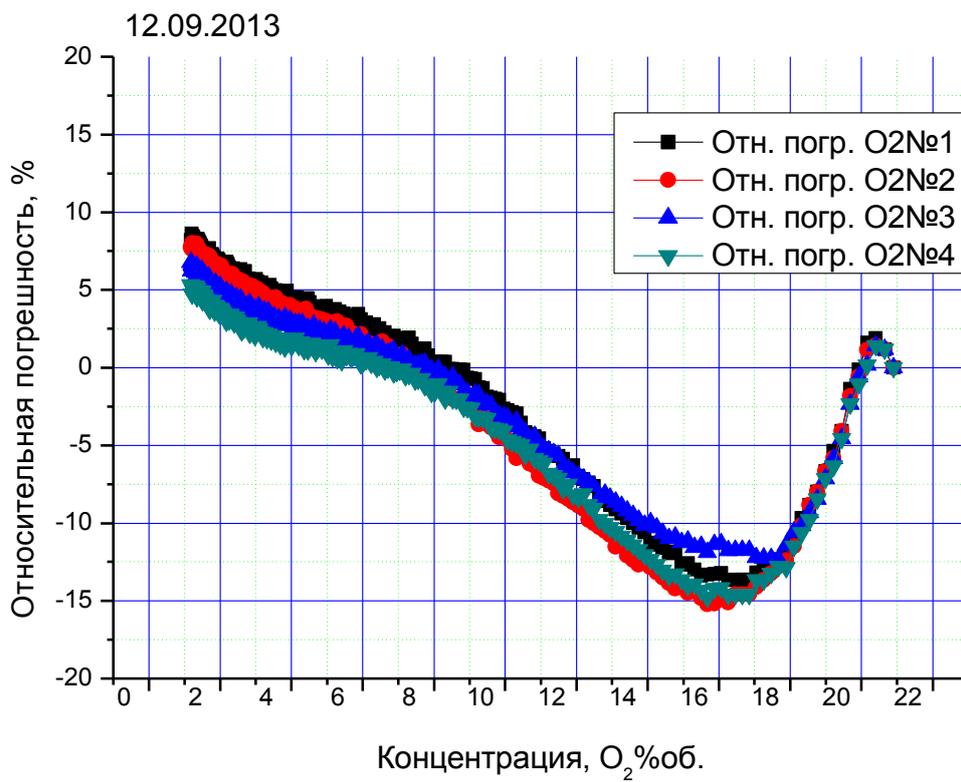


Рис. 12

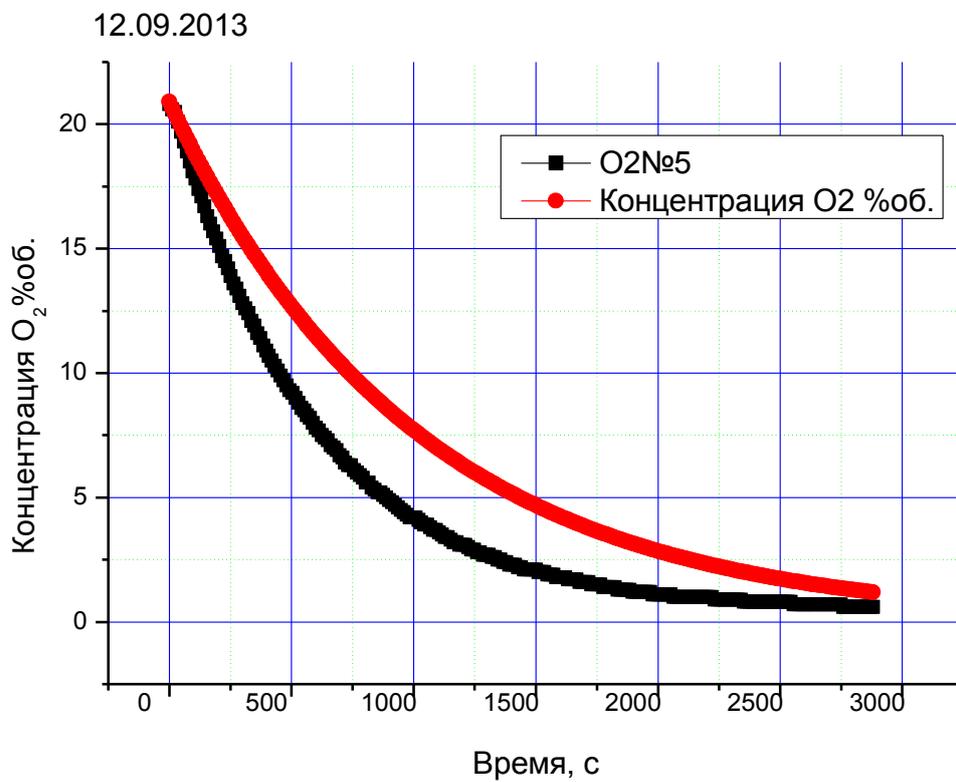


Рис. 13

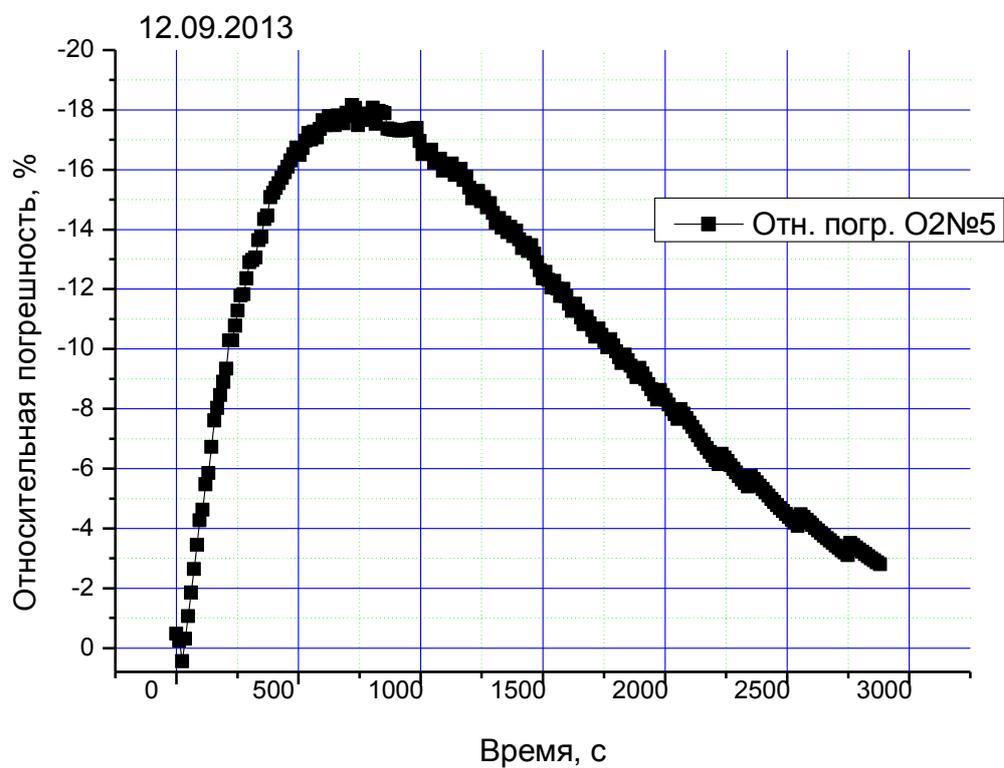


Рис. 14

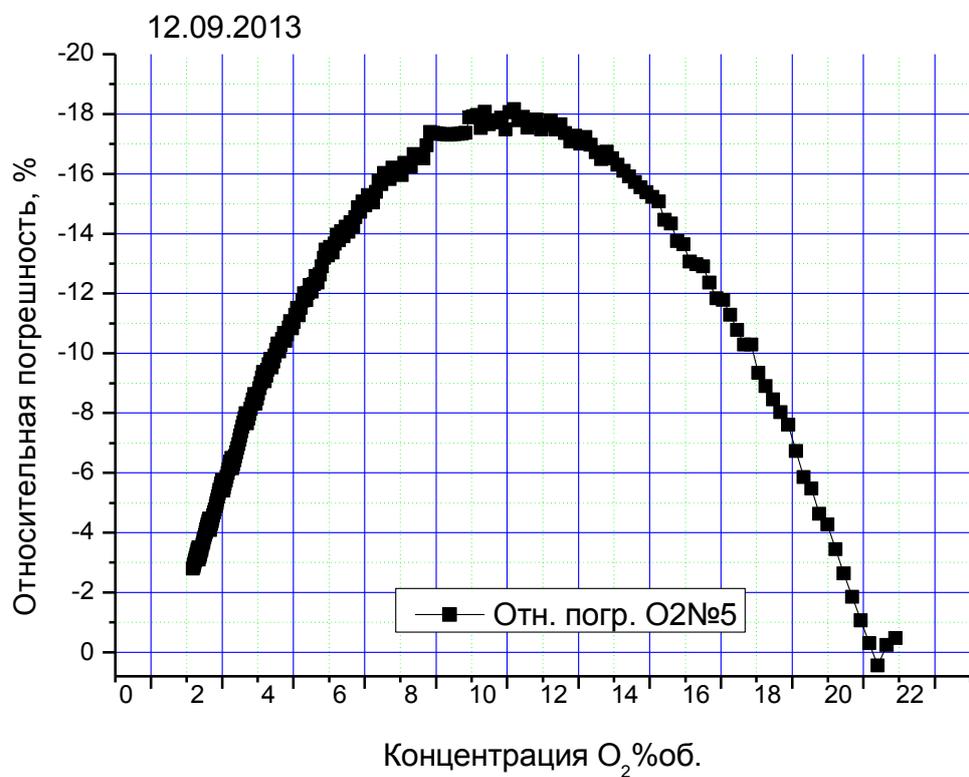


Рис. 15 Относительная погрешность показаний сенсора кислорода №5 (Оксик) при экспоненциальном падении концентрации кислорода в гелиево-кислородно-азотной смеси.

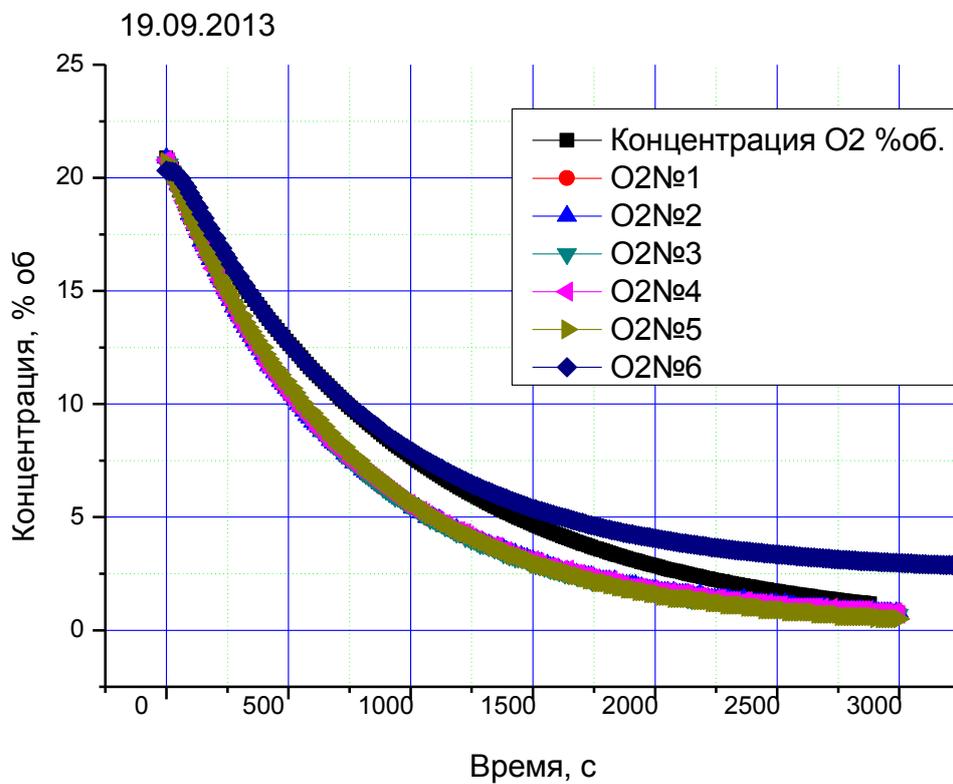


Рис 16

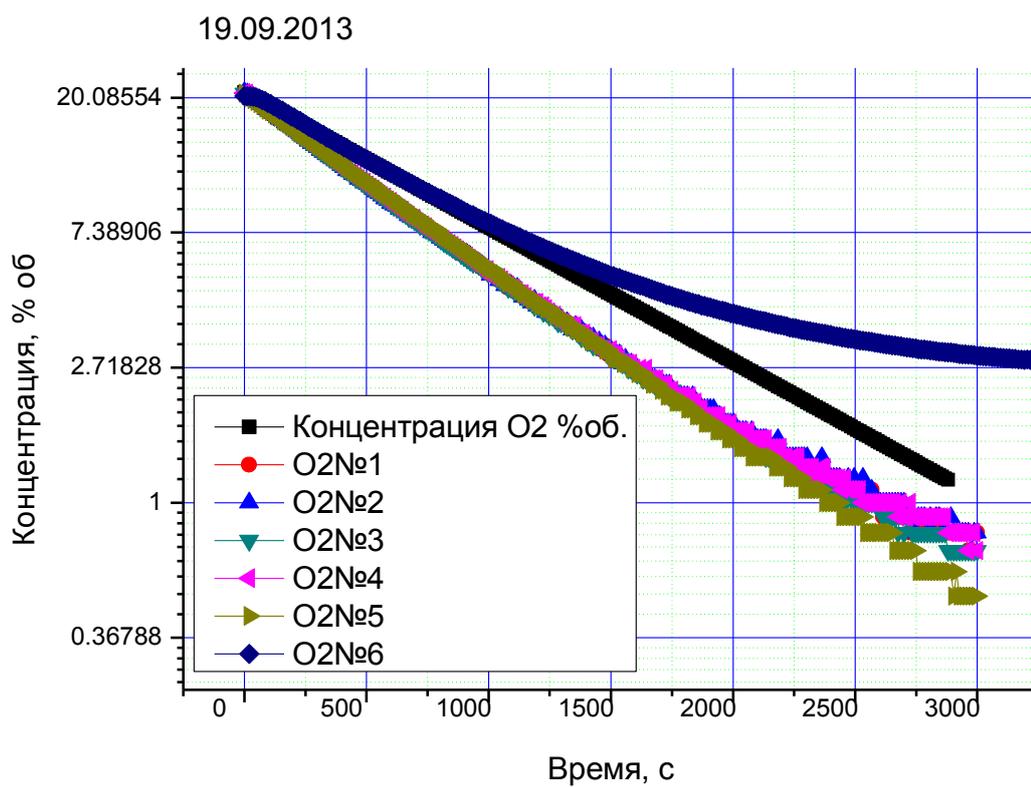


Рис 17

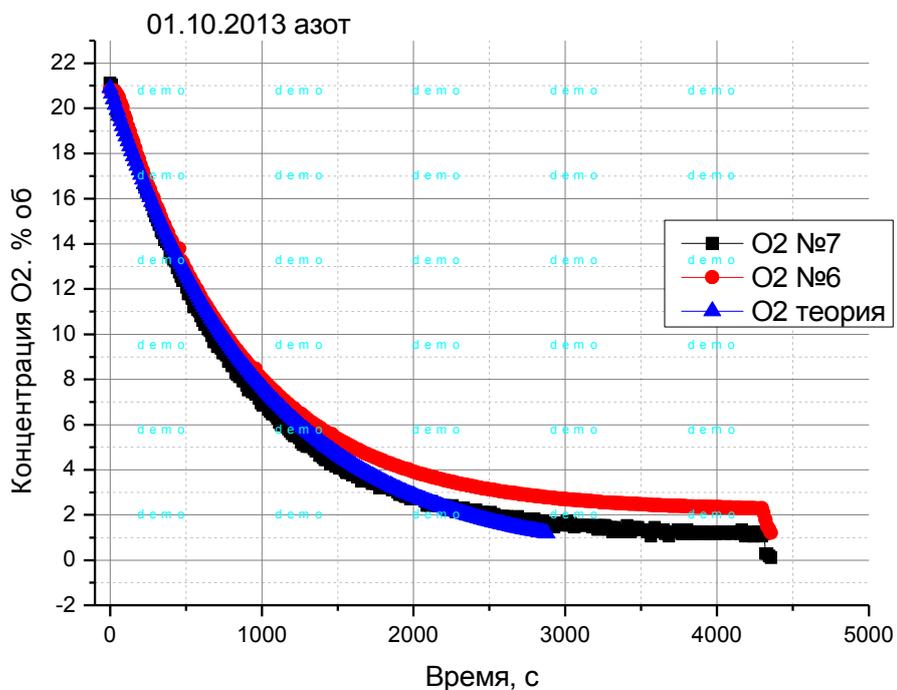


Рис 18. В азоте работа электрохимических сенсоров соответствует заявленным заводским характеристикам. Особенно хорошо работает сенсор № 7

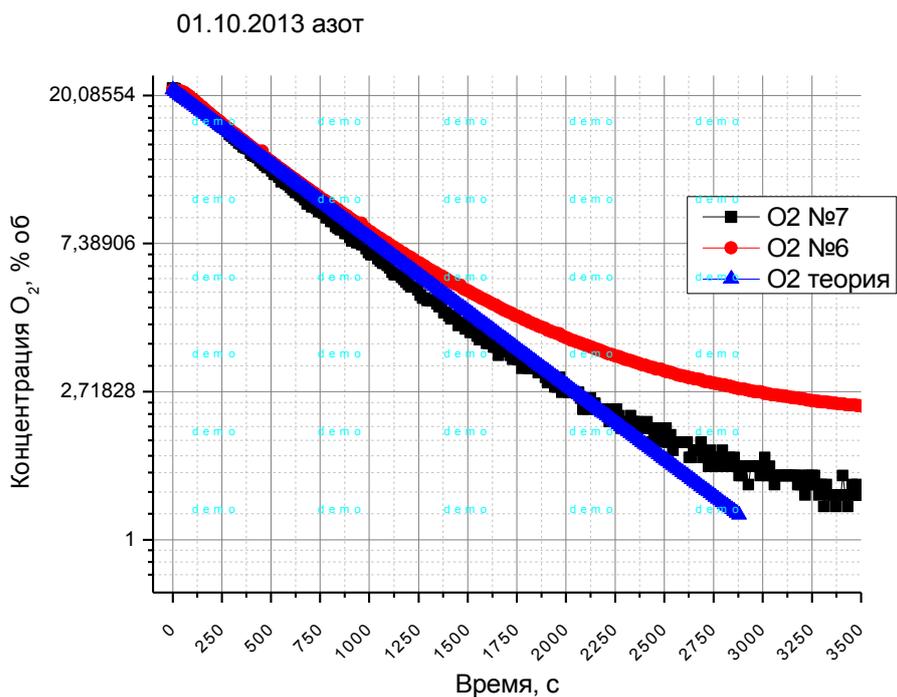


Рис 19. В логарифмическом масштабе это наглядно видно для сенсора №7.

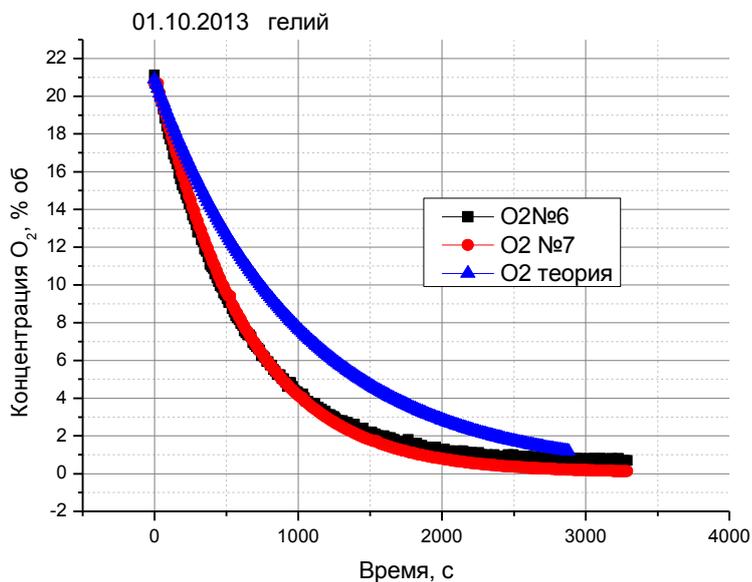


Рис 20. В гелии имеется отклонение показаний от расчетных, но возможно это связано с динамикой эксперимента, так как кривые сходятся после выдержки сенсора в газе.

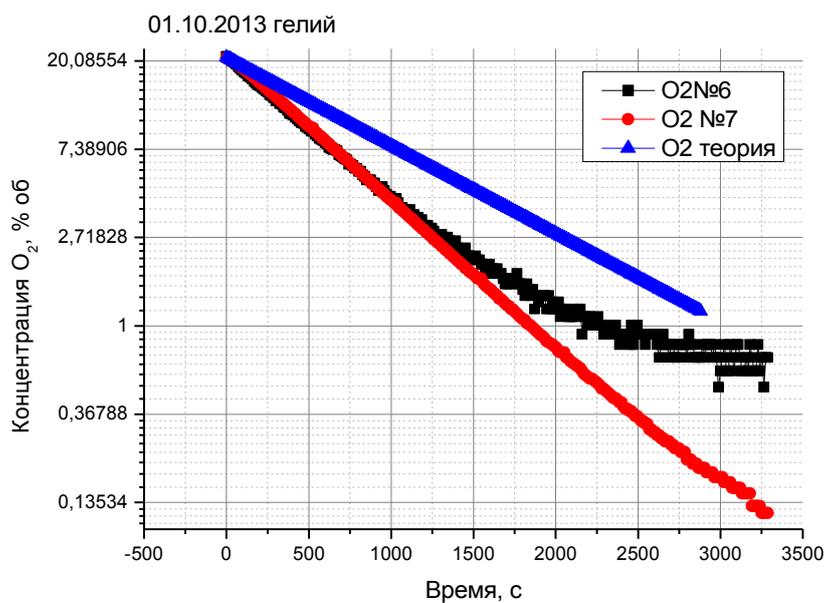


Рис 21

Эксперимент 21.10.2013 продолжили на базе в Севастополе на аттестованных баллонах с гелий-воздушными смесями. Прибор «Комета-М» №134437. Результаты в таблице 2, 3, 4 и на графике рис. 22, 23

Таблица 2

Система обозначений сенсоров в приборе «Комета-М».

Обозначение в приборе	Название заводское	Комментарии
O2№1	Оксик-3	2х электродный электрохимический
O2№2	Оксик-3	2х электродный электрохимический
O2№3	O2A3	2х электродный электрохимический
O2№4	O2A3	2х электродный электрохимический

Таблица 3

Результаты замеров снятые визуально по дисплею прибора.

Номер эксперимента	Состав газа O2/He	Время начала подачи газа	O2№1 Оксик 3	O2№2 Оксик 3	O2№3 Альфасенс	O2№4 Альфасенс
воздух	20.9/-		21.7	21.7	20.3	20.4
1	13.5/58	13.55.30	13.7	13.8	14.7	14.7
2	98/-	13.59	49.3	42.5	43.3	42.5
3-1	39.4/	14.01.30	41.5	41.5	43.3	42.5
3-2	28.7/35.4	14.04	29.8	29.9	26-29	26-29
4	10/70	14.08	10.1	10.1	7.5-10.4	7.9-10.7

Таблица 4

Погрешности измерения

эксперимент	Состав газа O2	O2№1 Оксик 3	O2№2 Оксик 3	O2№3 Альфа сенс	O2№4 Альфа сенс				
воздух	20.9	21.7	21.7	20.3	20.4	+0.8	+0.8	-0.6	-0.5
1	13.5	13.7	13.8	14.7	14.7	+0.2	+0.3	+1.2	+1.2
2	98	49.3	42.5	43.3	42.5	Зашк.	Зашк	Зашк	Зашк
3-1	39.4	41.5	41.5	43.3	42.5	+2.1	+2.1	+3.9	+3.9
3-2	28.7	29.8	29.9	26-29	26-29	+1.1	+1.2	-2...+1	-2...+1
4	10	10.1	10.1	7.5-10.4	7.9-10.7	+0.1	+0.1	-2+0.4	-2+0.6

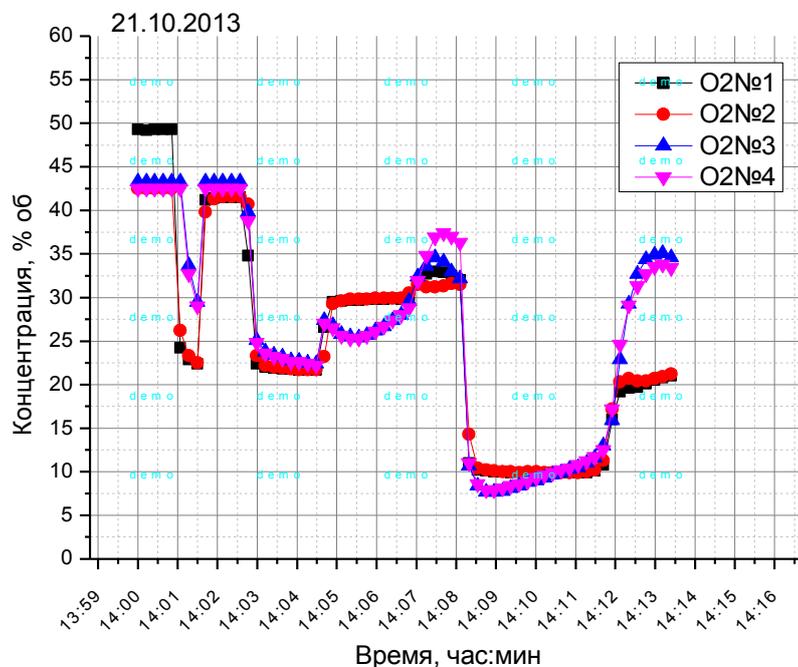


Рис 22. Исходные данные эксперимента от 21.10.2013 в севастополе

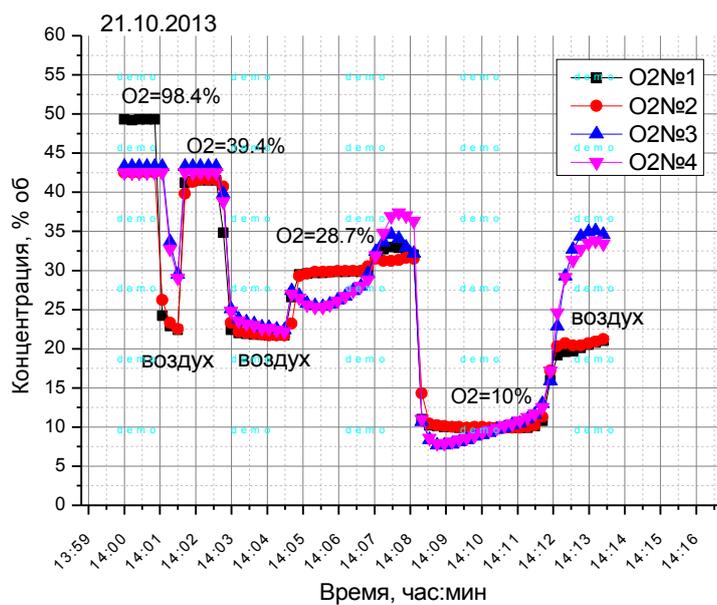


Рис 23. Результаты экспериментов 2-4 с концентрациями кислорода. Видна нестабильность сенсоров 3 и 4 (альфасенс) в присутствии гелия и стабильность сенсоров 1 и 2 «Оксик-3»

Результаты испытаний:

Оба сенсора «Оксик 3» показали сходимость результатов с газовыми смесями.

Оба сенсора «O2A3» имели сложную зависимость от концентрации в присутствии гелия и нестабильность показаний. Имеется последствие при возврате с гелия на воздух (при гелии более 30%).

Выводы и рекомендации:

1. Электрохимические сенсоры можно использовать в газоанализаторах на барокамерах при контроле гелий-воздушных смесей.
2. Заменить в приборах «Комета-М» сенсоры Модель «O2A3» производства Альфасенс на сенсоры «Оксик-3» производства Оксоний.
3. Проводить автокалибровку сенсоров перед каждой работой (по воздуху атмосферному).
4. Ставить в приборах сдвоенные каналы измерения по кислороду (два сенсора).
5. При испытаниях в барокамере, обеспечить равномерный состав газа в отсеках путем принудительного перемешивания.
6. Рекомендуется обеспечить равномерность давления и расхода и температуры на выходе из барокамеры за счет редуктора и к нему дополнительно дросселя.
7. Обеспечить визуальный контроль расхода газа через газоанализатор, например механическим ротаметром.

Зам. дир. по газоаналитике НПЦ - «Дельта-5»

А.В.Соколов

Приложение.

Характеристики сенсоров кислорода

Сенсор 2E-O2

Сенсор 2E-O2 предназначен для

использования в газоанализаторах кислорода. Сенсор кислорода 2E-O2 является двухэлектродной электрохимической ячейкой гальванического типа, которая преобразует содержащийся в воздухе кислород в непрерывный токовый сигнал.

Описание датчика 2E-O2

Принцип измерения - гальванический, диффузионный.

Генерируемый сенсором 2E-O2 ток прямо пропорционален концентрации кислорода в воздухе.

Функциональная зависимость тока от концентрации- линейная.

Технические характеристики сенсора кислорода 2E-O2

Пределы измерения [O₂], %... 0 – 30;

Чувствительность, мкА / %O₂ ... 0, 15;

Значение тока в отсутствие анализируемого компонента, мкА не более..... 0.15;

Время установления выходного сигнала, с, до.....15;

Рекомендуемое нагрузочное сопротивление, Ом..... не более 100;

Ожидаемый срок годности сенсора 4 года;

параметры окружающей среды

температура воздуха, 0 С – 20 ... +40;

относительная влажность воздуха, % 20 ... 98;

(кратковременно - от 10 до 99 %);

атмосферное давление, кПа 80 ... 120;

Масса сенсора, г20

Габариты, (диаметр ? высота), мм.....25 ? 30

Указания по эксплуатации сенсора кислорода 2E-O2

Не допускается эксплуатация сенсора в условиях, когда на его поверхности происходит конденсация водяного пара.

При хранении сенсора 2E-O2 электроды должны быть замкнуты.

Транспортировать и хранить сенсор следует в полиэтиленовом чехле в условиях, исключающих механические повреждения, конденсацию влаги и воздействие различных химических веществ.

Сенсор