

**ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКАЯ УСТАНОВКА С КОМПЕНСАЦИЕЙ
НЕЛИНЕЙНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ОСТАТОЧНОГО ТОКА**

Ю. А. ИВАНОВ, Ю. П. БЕЛОУСОВ

(Представлена научным семинаром лаборатории МП)

При определении следов примесей порядка 10^{-8} — 10^{-10} весовых процента методом амальгамной полярографии с накоплением резко возрастает маскирующее действие нелинейной составляющей остаточного тока полярографического датчика-ячейки на ток окисления определяемой примеси, информирующий нас о его качестве и количестве.

Нелинейная составляющая остаточного тока полярографического датчика может быть функцией только от величины и скорости разворачивающего электролизующего напряжения, поэтому в дальнейшем для краткости изложения будем называть ее стационарной помехой ячейки.

К стационарным помехам ячейки, которые невозможно скомпенсировать с помощью существующих постоянно- и переменноточковых полярографов относятся помехи, обусловленные окислением примесей, загрязняющих используемые реактивы, растворы и посуду.

Таким образом, тщательная многократная очистка используемых реактивов и посуды является в настоящее время единственным способом уменьшения стационарной помехи, чем и определяются в основном чувствительность, трудоемкость и продолжительность анализа.

Ниже описана установка, состоящая из полярографа постоянного тока и электронного компенсатора, позволяющая компенсировать стационарную помеху как емкостного, так и фарадеевского характера.

Принцип работы установки заключается в том, что предварительно регистрируется стационарная помеха ячейки в виде графического изображения, которое в дальнейшем, при снятии вольт/амперных характеристик ячейки преобразуется в постоянный ток компенсации и вводится в измерительную цепь полярографа встречно току ячейки.

Таким образом, необходимым условием эффективного использования предлагаемого устройства является высокая степень воспроизводимости стационарной помехи от электролизующего напряжения и синхронизации этого напряжения с током компенсации.

Устройство и принцип работы установки легко уяснить из рассмотрения блок-схемы, приведенной на рис. 1.

В качестве измерительного блока использовался венгерский полярограф ОН-101, включающий в себя эталонные сопротивления R_k , входные цепи, усилитель постоянного тока, регистрирующий прибор и генератор напряжения, в котором однооборотный задающий потенциометр заменен на многооборотный.

Рамка крепится нижней стороной, по центру, на кронштейн 3, свободно перемещающийся на шести роликах по направляющей оси 4, расположенной перпендикулярно движению ленты. Здесь же крепятся ролик 5 движка реохорда R_p на контактной пружине 6 и два фотосопротивления СФЗ-1. Светочувствительные поверхности фотосопротивлений расположены на оси, перпендикулярной движению ленты и в одной с ней плоскости на расстоянии 0,5 мм друг от друга. На верхней стороне рамки также по центру крепится осветитель, выполненный в виде алюминиевого тубуса 7, расположенного вертикально, в верхнем основании которого крепится лампа накаливания 8 и 12 вольт 21 свечей и съемное конусное перо 9 с толщиной записи 0,8—1 мм. Запись ведется черными чернилами.

Лентопротяжный механизм содержит реверсивный двигатель D_2 (рис. 2), понижающий редуктор Р, ведущий валик 11, прижимной ва-

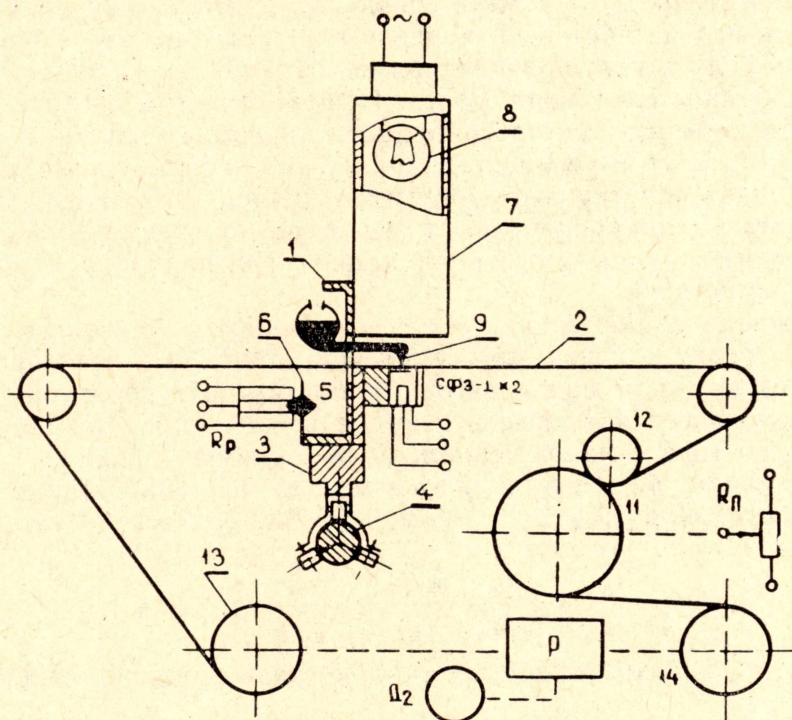


Рис. 2. Кинематическая схема электронного компенсатора

лик 12, катушки прямой 13 и обратной 14 перемотки с мягким фрикционным приводом от редуктора Р.

Для настройки установки (тумблер T_1 в положении «запись») на выходе усилителя полярографа, с помощью компенсатора диффузионного тока, устанавливаются поочередно нулевое или максимальное значения выходного напряжения, при этом нулевое и максимальное значения каретки компенсатора регулируются потенциометрами R_3 и R_2 соответственно. После чего, на выходе усилителя устанавливается максимальное значение напряжения, тумблер T_1 переводится в положение «компенсация» и регулировкой потенциометра R_5 уравнивается следующий мост. Потенциометр R_4 устанавливается таким образом, чтобы после установки каретки на нулевую отметку выходное напряжение усилителя оставалось максимальным. И, наконец, после установки каретки компенсатора на отметку максимального отклонения, выходное напряжение усилителя с помощью потенциометра R_1 устанавливается равным нулю и тумблер T_1 переводится в положение «запись». Благо-

даря тому, что токи ячейки $i_{\text{я}}$ и компенсации $i_{\text{к}}$ проходят через одни и те же эталонные сопротивления $R_{\text{к}}$, настройка схемы не нарушится при подборе чувствительности П1.

Порядок работы на установке заключается в следующем: обычными способами подбираются токи компенсации полярографа ($i_{\text{к}}^{\circ}$, $i_{\text{к}}^{\wedge}$ с помощью компенсаторов диффузионного и емкостного токов) и чувствительность полярографа (П1) так, чтобы нелинейная составляющая остаточного тока ячейки — стационарная помеха в необходимом интервале электролизующего напряжения, регистрировалось с максимальным использованием шкалы компенсатора.

Для считывания тока компенсации тумблер T_1 переводится в положение «компенсация», универсальная каретка устанавливается так, чтобы начало графического изображения стационарной помехи оказалось над зазором между фотосопротивлениями, и включаются осветитель 8 и двигатель D_2 . По мере движения ленты линия графического изображения вследствие своей кривизны начнет смещаться относительно зазора между фотосопротивлениями, изменяя их освещенность, что вызовет разбаланс следящего моста. Исполнительный двигатель D_1 , на управляющие обмотки которого подается преобразованное в переменное с частотой 50 гц и усиленное напряжение небаланса следящего моста, перемещает каретку в сторону уменьшения разбаланса. Таким образом, каретка и прикрепленный к ней ползунок реохорда $R_{\text{к}}$ по мере движения ленты будут следить за кривой графического изображения стационарной помехи.

Совмещение записывающего и считывающего устройств в одном блоке, при жесткой связи между ведущим валиком лентопротяжного механизма и движком задающего потенциометра генератора напряжения позволяет обеспечить высокую степень синхронизации подачи компенсирующего тока с напряжением, подаваемым на ячейку.

На основании вышеизложенного можно оценить степень компенсации стационарной помехи с помощью предлагаемой установки по формуле

$$\beta = \frac{i_{\text{п}}}{\Delta i} = \frac{i_{\text{п}}^{\circ} \pm \delta_{\text{п}}}{i_{\text{п}}^{\circ} (\delta_{\text{п}} \pm \delta_{\text{к}})} \gg \frac{1}{\delta_{\text{п}} + \delta_{\text{к}}}. \quad (1)$$

где β — число, показывающее во сколько раз уменьшается стационарная помеха.

$i_{\text{п}} = f(u)$ — ток помехи.

$i_{\text{п}}^{\circ} = f(u)$ — ток помехи, зарегистрированный компенсатором.

$\delta_{\text{п}} = \frac{i_{\text{п}} - i_{\text{п}}^{\circ}}{i_{\text{п}}^{\circ}}$ — невоспроизводимость тока помехи от электролизующего напряжения.

$\delta_{\text{к}} = \frac{i_{\text{к}} - i_{\text{п}}^{\circ}}{i_{\text{п}}^{\circ}}$ — погрешность тока компенсации

$\Delta i = i_{\text{п}} - i_{\text{к}}$ (компенсирующий ток).

Лабораторные испытания установки дали положительные результаты. При использовании в качестве ячейки циркуляционного электролизера [4], который позволяет получить высокую степень воспроизводимости ($\delta_{\text{п}} = 0,006$) для величины β было получено значение 100.

В заключение авторы выражают благодарность профессору А. Г. Стромбергу за внимание к работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. И. Анисимов, А. П. Голубев. Транзисторные модуляторы, «Энергия», Л., 1964.
2. Ф. Ф. Котченко. Следящие системы автоматических компенсаторов, «Недра», Л., 1965.
3. В. И. Кулешов. Заводская лаборатория (в печати).