РАЗРАБОТКА СЕНСОРНОГО ДЕТЕКТОРА СЕРОВОДОРОДА И ИЗУЧЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Насимов Абдулла Муродович,
доктор технических наук, профессор кафедры неорганической химии и материаловедения Самаркандского государственного университета. г.Самарканд

Абдурахманов Илхом Эргашбоевич,
доктор философии (PhD) по химическим наукам, преподаватель кафедры неорганической химии и материаловедения Самаркандского государственного университета. г. Самарканд.
ergash 50 yandex.ru

Холмурзаев Фаррух Фахриддинович
докторант, кафедры аналитический химии Самаркандского государственного университета. г. Самарканд.
fxolmurzayev@yandex.com

Хайруллаев Нийатжон Фарходович,
студенть, кафедры неорганической химии и материаловедения Самаркандского государственного университета. г. Самарканд.

Аннотация
В результате исследования разработан датчик и способ обнаружения сероводорода в атмосферном воздухе с улучшенными метрологическими характеристиками.

Ключевые слова. Сероводород, газовая смесь, полупроводниковый датчик, метод обнаружения, атмосферный воздух, чувствительность, селективность.

DEVELOPMENT OF A SENSOR DETECTOR OF HYDROGEN SULFIDE AND STUDY OF METROLOGICAL CHARACTERISTICS

Nasimov Abdulla Murodovich,
Doctor of Technical Sciences, Professor of the Department of Inorganic Chemistry and Materials Science, Samarkand State University. Samarkand city

Abdurakhmanov Ilkhom Ergashboevich,
Doctor of Philosophy (PhD) in Chemical Sciences, Lecturer at the Department of Inorganic Chemistry and Materials Science, Samarkand State University. Samarkand city.
ergash 50 yandex.ru

Kholmurzaev Farrukh Fakhriddinovich
Doctoral Student, Department of Analytical Chemistry,
Samarkand State University. Samarkand city.
fxolmurzayev@yandex.com

Khairullaev Niyatjon Farhodovich,
Student, Department of Inorganic Chemistry and
Materials Science, Samarkand State University. Samarkand city.

Annotation
As a result of the study, a sensor and a method for detecting hydrogen sulfide in atmospheric air with improved metrological characteristics were developed.

Keywords.
Hydrogen sulfide, gas mixture, semiconductor sensor, detection method, atmospheric air, sensitivity, selectivity.

Поскольку сероводород является одним из наиболее распространенных высокотоксичных и взрывоопасных соединений в атмосферном воздухе, он требует применения чувствительных, селективных и оперативных методов борьбы. Эту проблему можно решить, создав соответствующие датчики и анализаторы. Поэтому разработка высокоэффективных методов и приборов для определения сероводорода является актуальной задачей аналитической химии.

Термокаталитические и полупроводниковые методы имеют ряд преимуществ при контроле концентрации сероводорода [1-3].

Целью данной работы является разработка методов обнаружения сероводорода в атмосферном воздухе с улучшенными метрологическими характеристиками.

Одним из основных требований к приборам для определения концентрации сероводорода является их высокая чувствительность. Это связано с тем, что допустимая (ДПЗ) величина сероводорода в атмосферном воздухе составляет 10 мг/м^3 [4].

Исследования [5] показали, что значение сигнала термокаталитического сенсора, соответствующее значению РЗМ сероводорода, очень мало. Такой датчик не позволяет определить микроконцентрацию сероводорода в воздухе. Одним из способов повышения чувствительности датчика является увеличение каталитической поверхности его термочувствительного элемента. Этого можно добиться увеличением количества спиральных колец чувствительного элемента. Однако увеличение количества петель приводит к тому, что чувствительный элемент изменяет начальное значение фонового сигнала. Это означает, что нецелесообразно увеличивать количество

колец в спирали более 20 [6]. Поэтому целесообразно использовать полупроводниковые датчики и методы, обладающие более высокой чувствительностью, чем термокаталитические датчики, для определения допустимого значения (ПДС) сероводорода в атмосферном воздухе. В ходе исследования были изучены характеристики полупроводникового сенсора (ППС-H_2S) для обнаружения сероводорода, разработанного с использованием газочувствительного нанокомпозитного материала на основе золь-гель технологии. Высокая чувствительность и селективность полупроводникового сенсора при обнаружении сероводорода обеспечивается подбором полупроводникового оксида металла и катализатора, входящих в состав газочувствительного материала [7].

В план испытаний датчика в нормальных условиях были включены эксперименты по определению времени готовности прибора, динамических и градуировочных характеристик, уровня его селективности. Результаты определения времени готовности ППС-H_2S к анализу приведены в табл. 1.

Таблица 1. Динамика изменения во времени величины сигнала (t, c) датчика обнаружения сероводорода (ППС-H_2S) (S_{H2S} = 40 мг/м^3, n = 5, P = 0,95)

Время (τ), сек	Количество катализатора (CuO) в GSM			
	5%		10%	
	Датчик сигнала, мВ			
	$(\bar{x} \pm \Delta x)$	Sr 10^2	$(\bar{x} \pm \Delta x)$	Sr 10^{-2}
3	7,2±0,4	2,2	9,2±0,2	1,7
6	7,7±0,3	1,9	10,3±0,3	1,4
9	8,0±0,6	1,6	11,6±0,2	0,9
12	8,2±0,7	1,2	11,9±0,3	0,8
15	8,2±0,6	0,9	11,7±0,3	0,7
25	8,3±0,8	1,7	11,9±0,4	0,7

Из таблицы видно, что время подготовки датчика составляет 9-12 секунд, независимо от состава газочувствительного слоя. Также в ходе экспериментов определяли время начала сигнала датчика ($t_{0,1}$ = 1-2 с.), базовое значение сигнала ($t_{0,65}$ = 3-5 с.), время стабилизации прибора. отображения ($t_{0,9}$ = 7-8) определялось общее значение времени измерения (t_p = 9-12).

В ходе экспериментов было выбрано оптимальное значение напряжения для полупроводникового датчика. Зависимость величины сигнала ППС-H_2S от напряжения проверялась в диапазоне 1,0-4,0 В.

Таблица 2

Зависимость величины сигнала датчика от напряжения (S_{H2S} = 30 мг/м^3, n = 5, P = 0,95)

Значение напряжения датчика, В	Датчик сигнала, мВ		
	$\bar{x} \pm \Delta X$	S	$Sr \cdot 10^2$
ТКС-H_2S, H_2S концентрация - 200 мг/м^3			
1,0	1,4±0,01	0,01	2,0
1,5	1,5±0,03	0,01	1,4
1,8	3,8±0,03	0,02	0,4
2,0	8,6±0,07	0,09	1,2
2,1	8,5±0,08	0,15	1,7
2,2	8,3±0.06	0,13	1,8
2,5	7,9±0,05	0,12	1,4
3,0	7,6±0,06	0,13	1,5
4,0	7,3±0,05	0,12	1,6

По полученным результатам определено, что максимальное значение чувствительности датчика в процессе обнаружения H_2S для датчика типа ППС-H_2S, обнаруживающего H_2S, соответствует величине напряжения 2,0-2,1 В. Повышение или понижение напряжения сверх оптимального значения приводит к снижению селективности датчика и величины аналитического сигнала.

Результаты тестирования чувствительности датчика на основе WO_3 к H_2S в зависимости от количества катализатора (CuO) в газочувствительном материале показаны на рисунке 1. Из рисунка видно, что самый высокий сигнал значения постоянной концентрации H_2S соответствует датчику, содержащему 10% CuO в газочувствительном материале.

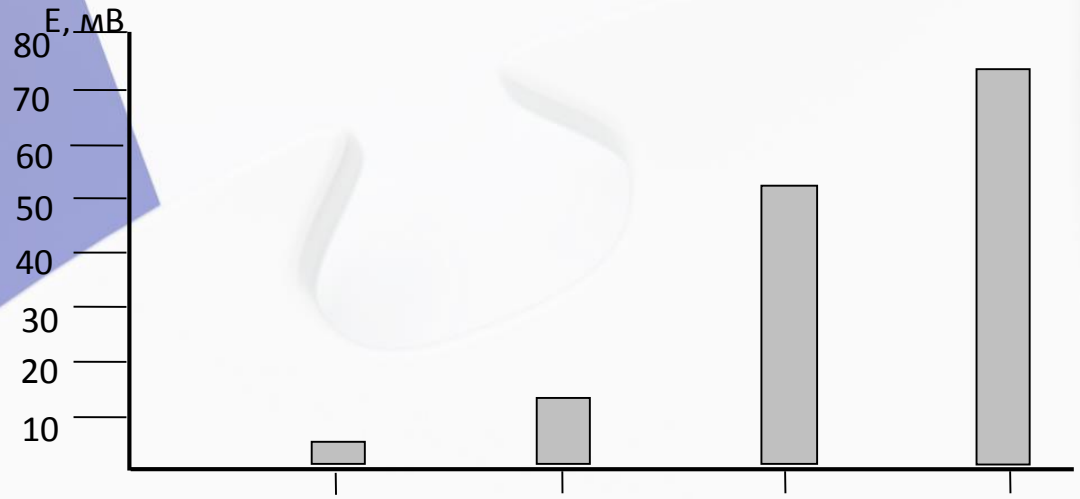

Рис. 1. Чувствительность сенсоров на основе SiO_2/WO_3+CuO к H_2S при 350 ^{0}C (содержание H_2S в смеси 250 мг/м^3).

1- SiO_2/WO_3; 2- SiO_2/WO_3+1% CuO; 3- SiO_2/WO_3+5%CuO ;
4- SiO_2/WO_3+10%CuO

В широком диапазоне концентраций (25–750 мг/м^3) зависимость величины сигнала ППС-H_2S от концентрации H_2S имеет линейный характер (рис. 2).

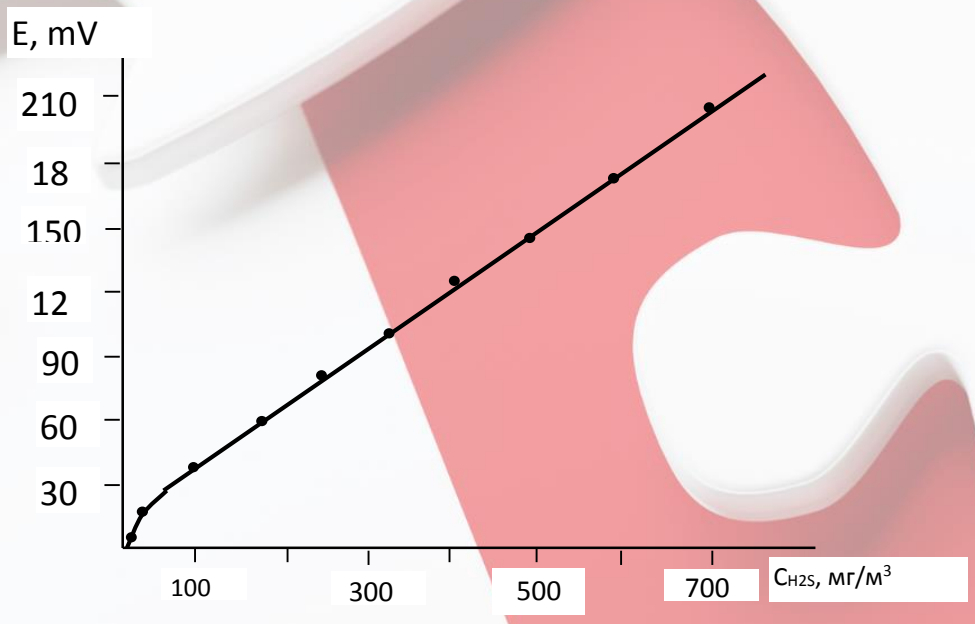

Рис. 2. Зависимость величины аналитического сигнала полупроводникового датчика типа ППС-H_2S от количества H_2S (S_{H2S}) в смеси

Абсолютные и приведенные значения погрешностей датчиков, разработанных в испытанном диапазоне концентраций, меньше значений допускаемых погрешностей по ГОСТ.

Средние значения для определения селективности ППС-H_2S приведены в таблице 3.

Таблица 3 Результаты теста на селективность ППС-H_2S (n = 5, R = 0,95)

Состав газовой смеси, мг/м^3.	Обнаружено H_2S, мг/м^3					
	ППД H_2S-№ 1		ППД H_2S-№ 2		ППД H_2S-№ 3	
	$\bar{x} \pm \Delta X$	$Sr10^2$	$\bar{x} \pm \Delta X$	$Sr10^2$	$\bar{x} \pm \Delta X$	$Sr10^2$
H_2S-356,0+ воздух (отдых).	354,0±3,2	1,1	351,0±1,5	0,8	355,0±2,2	1,0
H_2S-356,0+H_2-460,0+ воздух (отдых).	355,0±4,2	1,0	350,0±2,8	0,6	357,0±4,1	0,9
H_2S-356,0+CO-380,0+ воздух (отдых).	352,0±2,5	0,7	358,0±3,0	0,8	357,0±2,9	0,8
H_2S-356,0+CH_4-450,0+ воздух (отдых).	356,0±3,9	0,9	359,0±4,6	1,0	359,0±4,3	1,0

Величина сигнала CO (380 мг/м3), H_2 (460 мг/м^3) и CH_4 (450 мг/м^3) ППС-H_2S, содержащихся в исследуемой смеси (H_2S + воздух) в таблице, определяется обнаруживаемым компонентом. Максимальное отклонение при определении H_2S

соответствует 6 мг/м^3 (358-352=6) газовой смеси, содержащей 380,0 мг/м^3 CO, а за счет дополнительных компонентов ППС-H_2S величина погрешности не превышает 1,7. %.Величина ошибки, обнаруженная в ППС-H_2S, меньше ее допустимого значения ошибки по ГОСТу.

Таким образом, было разработано исследование, основанное на использовании полупроводниковых сенсоров для селективного обнаружения H_2S в атмосферном воздухе и газовых смесях. На основе разработанной методики датчики и газоанализаторы позволяют контролировать количество H_2S из различных газовых смесей в широком диапазоне концентраций. Определены основные метрологические и эксплуатационные характеристики селективного датчика, созданного при обнаружении H_2S. Разработанная методика и селективный датчик позволяют определять количество H_2S из атмосферного воздуха, технологических и природных газов.

ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Абдурахманов Э., Нормуродов З.Н., Абдурахманов Б.М.Современные аналитические методы и приборы для определения сераводорода в воздухе и технологических газах. Изд-во: «ФАН» ФН.РУЗ Тошкент 2012. 210 с.
2. Абдурахманов И.Э., Кабулов Б.Д. Исследование некоторых метрологических параметров полупроводникового сенсора сероводорода // Universum: химия и биология. -2016. № 9 (27). С.14-16. (02.00.00, №2)
3. Абдурахманов И.Э., Кабулов Б.Дж. Механизм работы полупроводниковых газовых сенсоров сероводорода, аммиака и метана // Вестник НУУз. –Ташкент, №3/1. 2016. -С. 248-251. (02.00.00, №12).
4. Дагаев В.А., Коваленко Л.А. Особенности построения электрохимического преобразователя для определения предельно допустимых концентраций сероводорода в рабочей зоне // Первич. измерительные преобразователи в газоанализаторе приборостроения-Киев,1988-С12.17
5. Абдурахманов И.Э., Абдурахманов Б., Мамирзаев М., Кабулов Б.Д. Селективные полупроводниковые и термокаталитические сенсоры для определения количества сероводорода в природных и технологических соединениях // Ресурсосберегающие методы на основе природных соединений (с участием зарубежных специалистов) Материалы Республиканской научно-практической конференции. Гулистон, ГулДУ, 2016. С.8-9.
6. Абдурахманов Б.М. Термокаталитическое автоматическое определение сероводорода из воздуха и технологических газов // Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук. Ташкент, 2009. 23 с
7. Абдурахманов И.Э., Кабулов Б.Дж.,Мурадова З.Б. Катализатор для полупроводникового сенсора сероводорода. Заявка на изобретение РУз. № IAP201601670605. 06.05.2016. 5 с.