



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007123198/28, 20.06.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.06.2007

(45) Опубликовано: 20.12.2008 Бюл. № 35

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 4399684 A, 23.08.1983. JP
2006003115 A, 05.01.2006. JP 2004163204 A,
10.06.2004. DE 19937318 A, 15.02.2001. SU
1136609 A1, 15.09.1992. RU 2171468 C1,
27.07.2001.

Адрес для переписки:

410012, г.Саратов, ул. Московская, 155, СГУ,
ПЛО, Н.В. Романовой

(72) Автор(ы):

Симаков Вячеслав Владимирович (RU),
Ворошилов Александр Сергеевич (RU),
Кучеренко Николай Иванович (RU),
Якушева Ольга Владимировна (RU),
Кисин Владимир Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

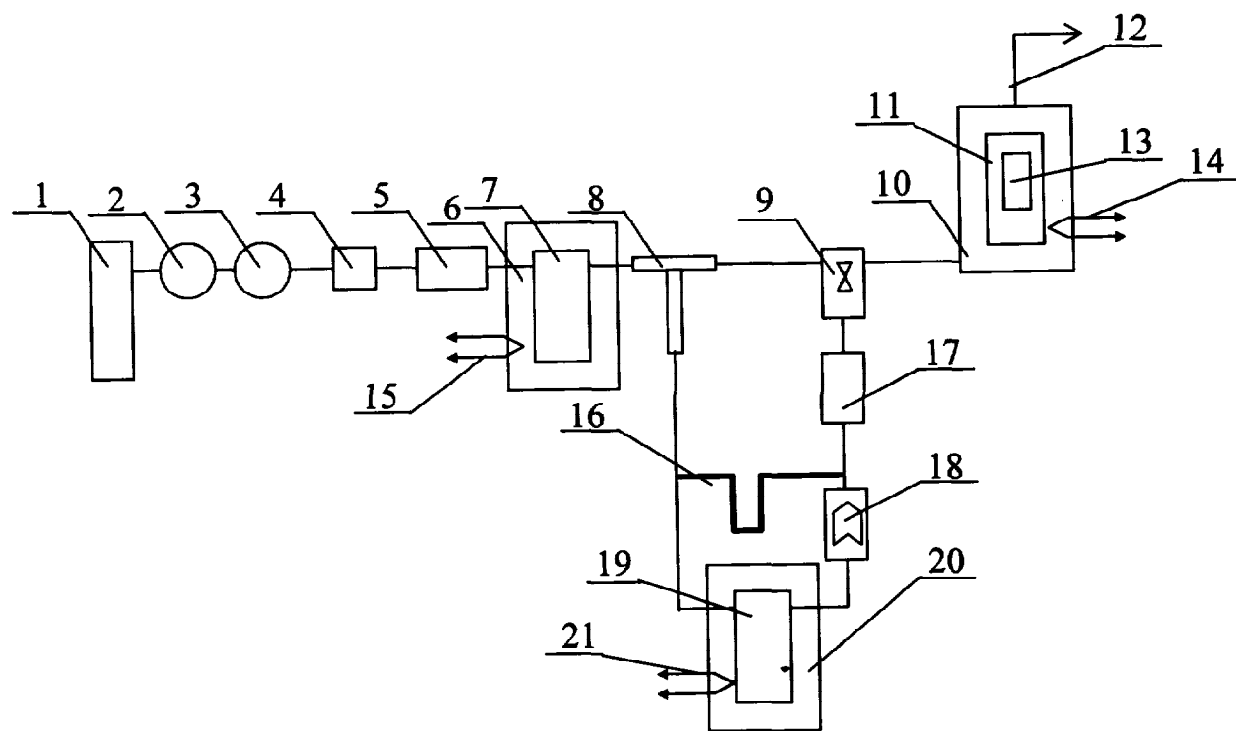
ГОУ ВПО "Саратовский государственный
университет имени Н.Г. Чернышевского" (RU)

(54) СПОСОБ ГРАДУИРОВКИ СЕНСОРА ГАЗА

(57) Реферат:

Способ градуировки сенсора газа, заключающийся в определении зависимости газочувствительности S размещенного в измерительной камере сенсора на основе пленки оксида олова от концентрации C примеси в газовой воздушной пробе $S=S(C)$, состоит из двух этапов: 1) калибровки и 2) измерения. Согласно изобретению калибруют измерительную камеру с прилегающими к ней газопроводами путем размещения в ней сенсора, для которого известны зависимость проводимости G от концентрации $G=G(C)$ и зависимость проводимости от времени $G=G(t)$ при ступенчатом изменении состава окружающей среды для одной из газовой воздушных проб, а также рассчитанное из последней зависимости характерное время выхода проводимости на стационарное состояние τ_0 , затем осуществляют продувку камеры чистым воздухом, который затем ступенчато заменяют на калибровочную газовой воздушную пробу с известной концентрацией, и измеряют зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)$, рассчитывают характерное время выхода проводимости пленки на стационарное значение τ , уменьшают скорость продувки камеры с

примыкающими к ней газопроводами и повторяют операции до тех пор, пока значение τ не станет значительно больше величины τ_0 , и фиксируют скорость продувки, из зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной для калибровочной пробы зависимости $G(C)$, определяют зависимость концентрации примеси в измерительной камере от времени $C(t)$, после калибровки камеру промывают чистым воздухом при сохранении скорости продувки на зафиксированном уровне, продуваемый воздух ступенчато заменяют на исследуемую пробу, продуваемую с той же скоростью, измеряют зависимость проводимости пленки от времени $G(t)$, из зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной из калибровки для данной камеры с примыкающими к ней газопроводами зависимости $C(t)$, определяют зависимость проводимости пленки от концентрации примеси в измерительной камере, по которой рассчитывают зависимость газочувствительности от концентрации $S(C)$. Изобретение обеспечивает расширение арсенала методов градуировки и уменьшение времени градуировки сенсора - уменьшение времени получения зависимости сигнала сенсора от концентрации примеси, в том числе неизвестного сорта в исследуемой газовой воздушной смеси. 1 з.п. ф-лы, 10 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007123198/28, 20.06.2007**(24) Effective date for property rights: **20.06.2007**(45) Date of publication: **20.12.2008 Bull. 35**

Mail address:

**410012, g.Saratov, ul. Moskovskaja, 155, SGU,
PLO, N.V. Romanovoj**

(72) Inventor(s):

**Simakov Vjacheslav Vladimirovich (RU),
Voroshilov Aleksandr Sergeevich (RU),
Kucherenko Nikolaj Ivanovich (RU),
Jakusheva Ol'ga Vladimirovna (RU),
Kisin Vladimir Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**GOU VPO "Saratovskij gosudarstvennyj
universitet imeni N.G. Chernyshevskogo" (RU)**

(54) **METHOD OF GAS SENSOR CALIBRATION**

(57) Abstract:

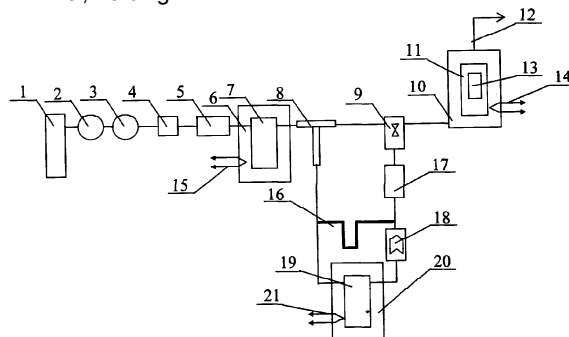
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of gas sensor calibration, lying in determining dependence of gas-sensibility S of located in measuring chamber sensor on the basis of tin oxide film on concentration C of admixture in gas-air sample $S=S(C)$, consists of two stages - 1) calibration and b) measurement. According to invention, measuring chamber with adjacent gas pipelines is calibrated by locating in it sensor, for which known are dependence of conductivity G on concentration $G=G(C)$ and dependence of conductivity on time $G=G(t)$ with step-by-step changing of environment composition for one of gas-air samples, a well as calculated from last dependence characteristic time of conductivity reaching stationary state τ_0 , then chamber is blown with clean air is, which is then step-by-step changed for calibrating gas-air sample with known concentration, and dependence of sensor conductivity on time $G(t)$ is measured, characteristic time of film conductivity reaching stationary value τ is calculated, rate of blowing chamber with adjacent gas pipelines is reduced, and operations are repeated until value τ does not become essentially greater than value of τ_0 , rate of blowing is fixed, from dependence $G(t)=G[C(t)]$, using known for calibrating sample dependence $G(C)$, dependence of admixture concentration in measuring chamber on time $C(t)$ is determined,

after calibration chamber is washed with clean air preserving rate of blowing at fixed level, blowing air is step-by-step changed for examined sample, blown with the same rate, dependence of film conductivity on time $G(t)$ is measured, from dependence $G(t)=G[C(t)]$, using known from calibration for the given chamber with adjacent gas-pipelines dependence $C(t)$, dependence of film conductivity on admixture concentration in measuring chamber is determined, basing on which dependence of gas-sensibility on concentration $S(C)$ is calculated.

EFFECT: extension of arsenal of calibration methods, reduction of time of sensor calibration - reduction of time for obtaining dependence of sensor signal on admixture concentration, including unknown type, in gas-air mixture under examination.

2 cl, 10 dwg



Фиг. 1

Изобретение относится к измерительной технике, метрологии, аналитической химии и аналитическому приборостроению.

Передаточная функция сенсора газа связывает выходной сигнал сенсора с концентрацией измеряемого газа на его входе. Эта функция является одной из основных характеристик сенсора. Задачей градуировки сенсора газа для заданного вида газа является определение передаточной функции для этого газа - установление зависимости сигнала G сенсора от концентрации газа C в газовой пробе и расчет на ее основе зависимости $S=S(C)$ величины газочувствительности S от концентрации газа по формуле:

$$S(C) = \frac{G_{\text{gas}}(C) - G_{\text{air}}}{G_{\text{air}}}$$

где, например, для резистивного сенсора G_{gas} - проводимость сенсора в пробе, G_{air} - его проводимость в чистом воздухе.

Известен способ определения концентрации угарного газа с помощью сенсора на основе оксида олова. Сопротивление сенсора измеряется при более низкой температуре и повторно при более высокой температуре. Концентрация исследуемого газа определяется в результате сравнения первого и второго значений сопротивления с предварительно определенной зависимостью концентрации газа от пар значений сопротивлений, которая хранится в памяти микропроцессора (см. патент США №4896143, МПК G08B 17/10).

Недостатками данного способа являются: 1) большое время градуировки, 2) необходимость работы сенсора в жестких условиях постоянного термоциклирования, 3) сложность реализации условий работы сенсора, 4) необходимость использования аттестованных газовых смесей, т.е. необходимо, чтобы сорт и концентрация газа в пробах были известны, 5) необходимость использования большого количества проб газа, которое должно равняться количеству точек на измеряемой характеристике - концентрационной зависимости газочувствительности.

Известен способ газовой градуировки для определения активного газа в газовой смеси, который включает прохождение газовой смеси в камеру известного объема. Камера содержит гальванический сенсор, обеспечивающий сигнальный ток к измерительному устройству, пропорциональный скорости реакции активного газа с чувствительным электродом сенсора. После наполнения камеры средства обработки сигналов вычисляют путем обработки выборки сигналов как функций времени, чувствительность сенсора и концентрацию активного газа (см. патент США №4829809, МПК G01N 27/30).

Недостатками этого способа являются: 1) большое время измерения, 2) необходимость использования аттестованных газовых смесей, т.е. нужно, чтобы сорт и концентрация газа в пробах были известны, 3) необходимость использования большого количества проб газа, которое должно равняться количеству точек на измеряемой характеристике - концентрационной зависимости газочувствительности.

Известен способ, обеспечивающий калибровку электрохимических сенсоров, размещенных в детекторе газа, который имеет корпус, содержащий вход газа, посредством чего газ может направляться от входа до сенсоров. Источник сжатого градуировочного газа соединен с детектором газа, и предварительно отмеренная доза градуировочного газа доставляется к поверхности сенсора при заданном давлении. Источник градуировочного газа может измерять и поставлять одиночные или кратные градуировочные дозы (см. патент США №6918281, МПК G01N 037/00; G01N 027/26).

Недостатками этого способа являются: 1) большое время измерения, 2) необходимость использования большого количества измерений, которое должно равняться количеству точек на измеряемой характеристике - концентрационной зависимости газочувствительности.

Известен способ измерения концентрации или парциального давления газа в потоке среды, согласно которому сенсор размещается в камере, находящейся в контакте с окружающей средой через селективно пропускающую мембрану. Перед измерением камера очищается или заполняется газовой смесью известного состава. Изменение концентрации газа в окружающей среде (парциального давления) вызывает изменение

концентрации в камере, что влияет на физическую величину, характеризующую сенсор. Записывается изменение физической величины со временем, связь этого изменения с концентрацией газа в окружающей среде считается известной. Поэтому измеренная зависимость дает возможность определить концентрацию или парциальное давление газа в окружающей среде (см. патент США №6679096, МПК G01N 7/00).

Недостатками данного способа являются: 1) большое время измерения, 2) необходимость использования аттестованных газовых смесей, т.е. нужно, чтобы сорт и концентрация газа в пробах были известны, 3) необходимость использования большого количества проб газа, которое должно равняться количеству точек на измеряемой характеристике - концентрационной зависимости газочувствительности.

Наиболее близким к заявляемому способу является способ измерения газа газовыми сенсорами на основе оксидов металлов. Сенсоры термоциклируются: периодически нагреваются и охлаждаются. Способ основан на том, что для различных газов существует непрерывная, зависящая от концентрации, уникальная характеристика, образованная вследствие термоциклирования. Как только для различных концентраций найдены образы характеристики, неизвестная концентрация газа, для которой образ характеристики существует, может быть отобран по амплитуде или по временной зависимости образца, т.е. идентифицируется газ и его концентрация. Способ включает 2 этапа: 1) калибровка газового сенсора, 2) измерение неизвестного образца газа. Калибровка газового сенсора осуществляется путем воздействия на металлооксидный газовый сенсор газом в известном диапазоне концентраций. Далее осуществляется термоциклирование газового сенсора для каждой концентрации газа. Затем измеряются и регистрируются соотношения проводимости сенсора два раза в тепловом цикле. Измерение неизвестного образца газа осуществляется путем воздействия на газовый сенсор неизвестной концентрацией газа, термоциклирования газового сенсора и измерения соотношения проводимости сенсора два раза в тепловом цикле. Далее определяется неизвестная концентрация газа, сравнивая полученное соотношение с предварительно измеренным соотношением (см. патент США №4399684, МПК G01N 27/12).

Недостатками этого способа являются: 1) большое время измерения, 2) необходимость работы сенсора в жестких условиях постоянного термоциклирования, 3) сложность реализации условий работы сенсора, 4) необходимость использования аттестованных газовых смесей, т.е. нужно, чтобы сорт и концентрация газа в пробах были известны, 5) необходимость использования большого количества проб газа, которое должно равняться количеству точек на измеряемой характеристике - концентрационной зависимости газочувствительности.

Задачей заявляемого изобретения является расширение арсенала методов градуировки и уменьшение времени градуировки сенсора - уменьшение времени получения зависимости сигнала сенсора от концентрации примеси, в том числе неизвестного сорта в исследуемой газовой смеси.

Решение поставленной задачи достигается тем, что в способе градуировки сенсора газа, заключающемся в определении зависимости газочувствительности S размещенного в измерительной камере сенсора на основе оксидов металлов от концентрации C примеси в газовой смеси $S=S(C)$, состоящей из двух этапов: 1) калибровки и 2) измерения, согласно решению калибруют измерительную камеру с прилегающими к ней газопроводами путем размещения в ней сенсора, для которого известны зависимость проводимости G от концентрации $G=G(C)$ для одной из газовой смеси проб и зависимость проводимости от времени $G=G(t)$ при ступенчатом изменении состава окружающей среды для этой пробы, а также рассчитанное из последней зависимости характерное время выхода проводимости на стационарное состояние τ_0 , последующей продувки камеры чистым воздухом, который затем ступенчато заменяют на калибровочную газозоодушную пробу с известной концентрацией, и измеряют зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)$, рассчитывают характерное время выхода проводимости пленки на стационарное значение τ , уменьшают скорость продувки камеры с примыкающими к ней газопроводами,

повторяют операции до тех пор, пока значение τ не станет значительно больше величины τ_0 , и фиксируют скорость продувки, из зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной для калибровочной пробы зависимости $G(C)$, определяют зависимость концентрации примеси в измерительной камере от времени $C(t)$, после калибровки камеру промывают чистым воздухом, продувающий воздух ступенчато заменяют на исследуемую пробу, продуваемую при сохранении скорости продувки на зафиксированном уровне, измеряют зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)$, из зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной из калибровки для данной камеры с примыкающими к ней газопроводами зависимости $C(t)$, определяют зависимость проводимости пленки от концентрации примеси в измерительной камере, по которой рассчитывают зависимость газочувствительности от концентрации $S(C)$. Если градуировку сенсора нужно получить для концентраций примеси, превышающей концентрацию примеси в исследуемой газовой смеси, то исследуемую пробу пропускают через объем, наполненный адсорбирующим примесь веществом, затем продувают потоком воздуха, нагревают до температуры, при которой происходит десорбция примеси, и проводят этап измерения в получившемся потоке газовой смеси, обогащенной примесью.

Сущность изобретения состоит в том, что для расширения арсенала методов градуировки и уменьшения времени градуировки сенсора - получения зависимости сигнала сенсора от концентрации примеси в исследуемой газовой смеси, в том числе неизвестного сорта, в измерительной камере размещают сенсор с известной для определенной газовой смеси градуировкой и известным временем срабатывания, продувают камеру чистым воздухом, затем газовой смесью, для которой известна градуировка, калибруют измерительную камеру с прилегающими к ней газопроводами, для чего измеряют зависимость сигнала сенсора от времени, устанавливают скорость продувки измерительной камеры так, чтобы время продувки камеры значительно превышало время срабатывания сенсора, исключают из зависимости сигнала сенсора от времени зависимость сигнала сенсора от концентрации и получают зависимость концентрации примеси в камере от времени, размещают в измерительной камере сенсор, для которого нужно выполнить градуировку, продувают камеру чистым воздухом и градуируют сенсор на исследуемую примесь, для чего продувают камеру исследуемой газовой смесью, измеряют зависимость сигнала сенсора от времени, исключают из нее полученную при калибровке камеры зависимость концентрации примеси в камере от времени и получают зависимость сигнала сенсора от концентрации примеси в исследуемой газовой смеси - градуировку сенсора для исследуемой газовой смеси.

Изобретение поясняется чертежами, где на фиг.1 изображена установка для градуировки сенсора, на фиг.2 - схема управления установкой для градуировки сенсора, сбора и обработки данных, на фиг.3 - известная зависимость газочувствительности сенсора от концентрации паров этанола, на фиг.4 - известная зависимость проводимости сенсора от времени при ступенчатом воздействии газовой смеси, содержащей пары этанола, на фиг.5 - результаты обработки зависимости, представленной на фиг.4, а именно зависимость изменения проводимости сенсора от времени при ступенчатом воздействии газовой смеси, содержащей пары этанола, $S_{\text{нас}}$ - значение газочувствительности сенсора, рассчитанное из значения проводимости сенсора в области насыщения зависимости, представленной на фиг.4, на фиг.6 - зависимость проводимости сенсора от времени при продувке измерительной камеры газовой смесью, содержащей пары этанола, со скоростью, равной 3 л/ч, на фиг.7 - результаты обработки зависимости, представленной на фиг.6, а именно, зависимость изменения проводимости сенсора от времени при продувке измерительной камеры газовой смесью, содержащей пары этанола, со скоростью, равной 3 л/ч, G_s - значение проводимости сенсора в области насыщения зависимости, представленной на фиг.6, на фиг.8 - зависимость концентрации паров этанола в измерительной камере при ее продувке газовой смесью, содержащей пары этанола, со скоростью 3 л/ч, на фиг.9 - градуировочная кривая сенсора для паров этанола в воздухе, полученная заявляемым

способом, фиг.10 - градуировка сенсора для паров ацетона в воздухе, полученная заявляемым способом.

На чертежах обозначено: 1 - баллон, 2 - редуктор давления, 3 - регулятор давления, 4 - натекаТЕЛЬ игольчатый, 5 - датчик расхода воздуха, 6 - термостат увлажнителя, 7 - барбатер увлажнителя, 8 - тройник, 9 - электромагнитный клапан, 10 - измерительная камера, 11 - термостат измерительной камеры, 12 - выпускной газопровод, 13 - градуируемый образец сенсора газа, 14 - термopapa измерительной камеры, 15 - термopapa увлажнителя, 16 - манометр, 17 - датчик расхода пробы, 18 - микрокомпрессор, 19 - барбатер пробы, 20 - термостат пробы, 21 - термopapa термостата пробы, 22 - сопротивление нагрузки, 23 - мультиметр, 24 - интерфейс мультиметра типа RS-232, 25 - источник питания, 26 - интерфейс источника питания типа RS-232, 27 - компьютер, 28 - контроллер термостата пробы, 29 - USB модуль, 30 - значение проводимости в области насыщения зависимости, фиг.4, 31 - линия тренда кривой, фиг.5, 32 - значение проводимости G_s в области насыщения зависимости, фиг.6, 33 - линия тренда зависимости, фиг.7.

Способ градуировки сенсора газа осуществляется следующим образом.

Рассмотрим пример осуществления способа градуировки резистивного сенсора газа на основе оксида олова для парогазовой смеси, содержащей пары этанола, и результаты градуировки для парогазовой смеси, содержащей пары ацетона, которые подтверждают, что градуировка сенсора может быть выполнена с малыми затратами времени, а именно за один напуск газовой смеси, для которой производится градуировка.

Градуировка сенсора проводилась с помощью установки, схема которой представлена на фиг.1.

Установка состоит из основной и байпасной газовой магистралей. Основная магистраль включает в себя последовательно соединенные друг с другом баллон 1, в котором находится сжатый чистый воздух, редуктор давления 2 типа БКО-50-2, регулятор давления 3 типа РД-1, натекаТЕЛЬ игольчатый 4, датчик расхода газов 5 типа ДРГ-1, термостат 6, барбатер 7, тройник 8, клапан электромагнитный 9 типа КЗ-5, камера измерительная 10, в которой размещен термостат 11, с градуируемым образцом сенсора газа 13, температура которого измеряется с помощью термopapa 14. Байпасная магистраль расположена между тройником 8 и клапаном электромагнитным 9. Она включает в себя манометр 16, датчик расхода газа 17 типа ДРГ-1, микрокомпрессор 18 типа АЭН-3, барбатер пробы 19, размещенный в термостате 20, температура которого измеряется термopapa 21.

Во время работы чистый воздух поступает из баллона 1 после понижения давления с помощью редуктора 2 и регулятора давления 3 на вход натекаТЕЛЯ игольчатого 4, с помощью которого регулируется его расход. Общий расход воздуха контролируется датчиком расхода газа 5. Затем воздух увлажняется в барбатере 7, заполненном дистиллированной водой, температура которой поддерживается на постоянном уровне с помощью термостата 6 и измеряется термopapa 15. Увлажненный воздух разделяется на два потока тройником 8 и одна из частей, проходя насквозь через клапан электромагнитный 9, промывает измерительную камеру 10 с размещенным в ней градуируемым образцом 13, температура которого поддерживается постоянной с помощью термостата 11 и контролируется термopapa 14. Другая часть потока насыщается парами исследуемой жидкости в барбатере 19, температура которого поддерживается постоянной с помощью термостата 20 и контролируется термopapa 21. Давление полученной газовой смеси увеличивается микрокомпрессором 18, контролируется манометром 16 и через датчик расхода газа 17 подается на вход клапана электромагнитного 9. В случае срабатывания клапана электромагнитного 9 газовой смеси проба впрыскивается в поток чистого воздуха и поступает в камеру измерительную 10, вытесняя заполняющий ее воздух или газосмесь через газопровод 12.

Управление установкой, а также сбор и обработка данных производится в соответствии со схемой, представленной на фиг.2.

В состав схемы управления, сбора и обработки данных входит камера измерительная 10

с градуируемым сенсором 13, сопротивление нагрузки 22, мультиметр цифровой 23 типа DMM-2000/20 ("Keithley Inc.", USA), интерфейсы 24 и 26 типа RS-232, клапан электромагнитный 9, источник питания 25 программируемый типа Instek GW PST-3201/RS ("Good Will Inc.", Taiwan), персональный компьютер 27, термостат 20, контроллер термостата 28 типа "Синтез 3/3", USB модуль 29 типа NI USB 6008 ("National Instruments", USA).

В процессе работы градуируемый сенсор 13 помещается в камеру измерительную 10, где он поддерживается при фиксированной температуре 400°C. Постоянство температуры обеспечивает термостат 11 с контроллером 28, управляемый через USB модуль 29, подключенный к порту USB 2.0 персонального компьютера 27. Сопротивление сенсора контролируется путем измерения с помощью мультиметра 23 напряжения на включенном последовательно с сенсором сопротивлением нагрузки R_n 22. Измерительное напряжение подается от источника питания 25 и составляет 25 В. Мультиметр 23 контролирует также температуру термостата 11. Напряжение, необходимое для открывания клапана электромагнитного 9, и напряжения, необходимые для питания термостата 11, обеспечивает источник питания 25. Мультиметр 23 и источник питания 25 управляются и обмениваются данными с персональным компьютером 27 посредством интерфейсов 24 и 26 типа RS-232.

В качестве градуируемого образца сенсора газа использовался резистор на основе тонкой пленки SnO_2 , осажденной на поликоровую подложку. Пленка формировалась методом высокочастотного магнетронного распыления стехиометрической мишени SnO_2 в атмосфере Ar/O_2 . Электрическими контактами служили параллельные полоски Al длиной 1000 мкм, находившиеся друг от друга на расстоянии 100 мкм. Толщина слоя оксида, определенная с помощью эллипсометра SENTECH SE 400 15/42 ("Sentech Instruments GmbH", Germany), составляла ~0,2 мкм.

Для калибровки измерительной камеры с прилегающими к ней газопроводами использовалась газовоздушная смесь, содержащая пары этанола.

На фиг.3 представлена известная для градуируемого сенсора зависимость чувствительности S сенсора от концентрации C паров этанола в воздухе $S=S(C)$.

На фиг.4 представлена динамика изменения проводимости сенсора $G=G(t)$ при ступенчатом изменении состава окружающей среды с чистого воздуха на воздух, содержащий пары этанола. Спустя некоторое время после ступенчатого изменения состава окружающей среды с чистого воздуха на воздух, содержащий пары этанола, проводимость сенсора G выходит на насыщение 30. Расчет из данной зависимости газочувствительности S , определение значения газочувствительности $S_{\text{нас}}$ области насыщения и обработка зависимости газочувствительности от времени в полулогарифмическом масштабе позволяет провести линию тренда 31, наклон которой дает известное для сенсора время срабатывания $\tau_o=0,06$ с (фиг.5).

Калибровка измерительной камеры с прилегающими к ней газопроводами проводилась следующим образом.

В предварительно очищенный с помощью термовакuumной обработки баллон 1 заправлялась смесь азота и кислорода в соотношении 79:21, которая выполняла роль чистого воздуха. Баллон 1 присоединялся к установке с помощью редуктора 2 и регулятора давления 3, на входе натекателя устанавливалось давление $P_o=0,2$ атм. В термостате 6 устанавливалась температура 30°C. Клапан электромагнитный 9 был закрыт.

С помощью натекателя 4 и датчика расхода газа 5 устанавливался постоянный поток чистого воздуха через камеру измерительную 10 с сенсором 13, температура которого поддерживалась на уровне 400°C с помощью термостата 11. С помощью схемы фиг.2 выполнялось измерение проводимости сенсора, значения которого сохранялись в файле на жестком диске компьютера 27. После того как проводимость при десяти последовательных измерениях переставала изменяться более чем на 3%, фиксировалось значение проводимости сенсора в чистом воздухе G_o . В момент времени, принятый за $t=0$, открывался клапан электромагнитный 9 и через него в поток чистого воздуха

вводилась газовоздушная проба, содержащая примесь паров этанола. Мультиметр 23 регистрировал зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)=G[C(t)]$, которая записывалась в файл на компьютере 27. Когда проводимость при десяти последовательных измерениях не изменялась более чем на 3%, фиксировалось и сохранялось в памяти компьютера 27 значение проводимости G_s в области насыщения 32. Обработывая зависимость $G(t)=G[C(t)]$ в соответствии с формулой

$$G(t) = G_s \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right)$$

в полулогарифмическом масштабе получали по наклону линии тренда 33 характерное время выхода τ проводимости $G(t)$ на стационарное значение G_s и сравнивали значение τ с величиной τ_0 . Если выполнялось соотношение $\tau \leq 10 \tau_0$, то с помощью натекателя 4 уменьшался расход газа через камеру измерительную 10, значение расхода регистрировалось с помощью датчика расхода газа 5. Клапан электромагнитный 9 закрывался и камера измерительная 10 продувалась чистым воздухом до тех пор, пока значение проводимости не перестало отличаться от величины G_0 менее чем на 3%. Это время составило 30 мин.

Измерения повторялись. После того как между величинами τ и τ_0 достигалось соотношение $\tau > 10 \tau_0$, величина расхода газа фиксировалась. Она составила 3 л/ч.

Зависимость $G(t)=G[C(t)]$ для этой скорости продувки представлена на фиг.6. Рассчитанное из данных, приведенных на фиг.6, характерное время выхода проводимости пленки на стационарное значение (фиг.7) τ составило 10 с.

С помощью компьютера 27 из зависимости $G(t)=G[C(t)]$ и известной зависимости $S=S(C)$ с учетом значения G_0 рассчитывалась зависимость $C=C(t)$. А именно для каждой величины C из зависимости $S=S(C)$ определялась величина S , и по этой величине с учетом значения G_0 находилось $G(C)$, и из зависимости $G=G(t)$ для каждого $G(C)$ находилась величина t . В результате получалась зависимость $C=C(t)$, которая сохранялась в памяти компьютера. Эта зависимость представлена на фиг.8. Зависимость $C=C(t)$ определяется при малых концентрациях примеси в воздухе только конструкцией камеры с прилегающими к ней газопроводами и условиями измерений, которые сохраняются неизменными и используются при градуировке сенсора. Таким образом, измерительная камера и прилегающие к ней газопроводы оказываются прокалиброванными.

Для градуировки сенсора его помещали в измерительную камеру, калибровка которой известна. Клапан электромагнитный 9 закрывался и камера измерительная 10 продувалась чистым воздухом до тех пор, пока значение проводимости не перестало различаться при десяти последовательных измерениях менее чем на 3%. Это время составило 30 мин. В момент времени, принятый за $t=0$, открывался клапан электромагнитный 9 и через него в поток чистого воздуха вводилась газовоздушная проба, содержащая примесь. Мультиметр 23 регистрировал зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)=G[C(t)]$, которая записывалась в файл на компьютере 27. Когда проводимость при десяти последовательных измерениях не изменялась более чем на 3%, измерения прекращались. В памяти компьютера 27 сохранялся файл, содержащий зависимость $G=G(t)$. Используя известную из калибровки зависимость $C=C(t)$ рассчитывалась зависимость $G=G(C)$. А именно для каждой величины C из зависимости $C=C(t)$ определялась величина t , и по этой величине из зависимости $G=G(t)$ находилась G . В результате была получена зависимость $G=G(C)$, которая сохранялась в памяти компьютера и по которой по формуле

$$S(C) = \frac{G_{\text{gas}}(C) - G_{\text{air}}}{G_{\text{air}}}$$

рассчитывалась зависимость чувствительности сенсора S от концентрации паров этанола в воздухе C - градуировка сенсора для паров этанола в воздухе $S=S(C)$. Эта зависимость представлена на фиг.9.

Этот же метод использовался для получения градуировки для другого вещества, свойства которого не влияют существенно на процесс продувки измерительной камеры. На

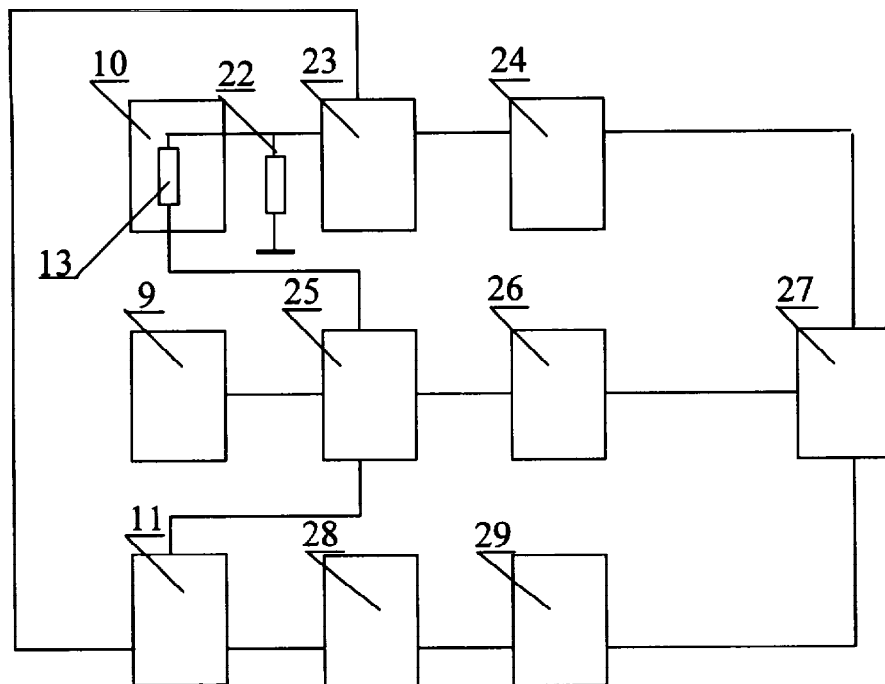
фиг.9 представлена зависимость чувствительности сенсора от концентрации паров ацетона в воздухе, полученная при калибровке камеры с помощью газовой смеси, содержащей пары этанола.

Для получения градуировки известными методами необходимо затратить время, равное
 5 произведению времени измерения чувствительности при одной известной концентрации, которое обычно составляет несколько минут, на число точек, которых обычно необходимо не менее десяти. Общее время градуировки оказывается порядка нескольких десятков минут. Время градуировки заявляемым методом составило 100 секунд.

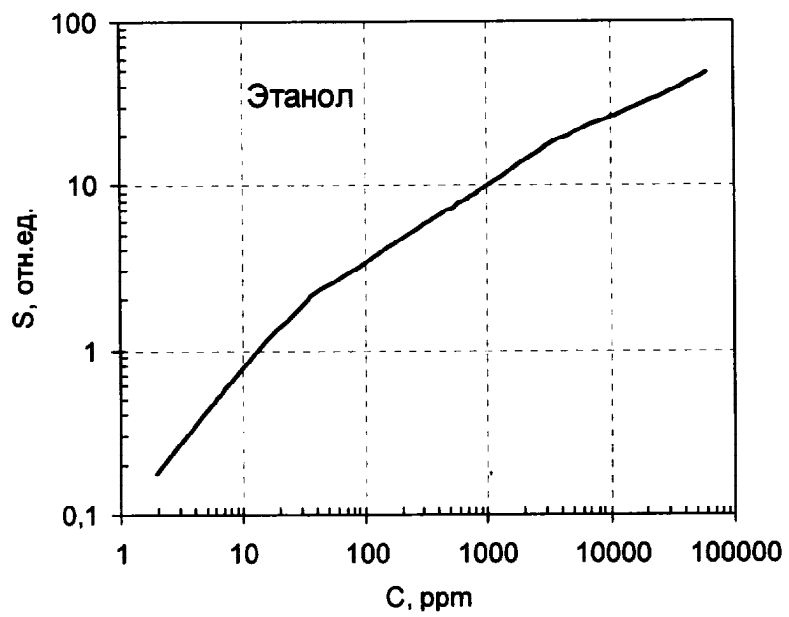
Формула изобретения

1. Способ градуировки сенсора газа, заключающийся в определении зависимости
 газочувствительности S размещенного в измерительной камере сенсора на основе оксидов
 металлов от концентрации C примеси в газовой смеси $S=S(C)$, путем калибровки и
 измерения характеристик сенсора, отличающийся тем, что в качестве основы сенсора
 15 используют пленку оксида олова, калибруют измерительную камеру с прилегающими к ней
 газопроводами путем размещения в ней сенсора, для которого известны зависимость
 проводимости G от концентрации $G=G(C)$ и зависимость проводимости от времени $G=G(t)$
 при ступенчатом изменении состава окружающей среды для одной из газовой смеси проб,
 а также рассчитанное из последней зависимости характерное время выхода проводимости
 20 на стационарное состояние τ_0 , продувают камеру чистым воздухом, который ступенчато
 заменяют на калибровочную газовой смесь с известной концентрацией и измеряют
 зависимость проводимости сенсора от времени $G(t)$, рассчитывают характерное время
 выхода проводимости пленки на стационарное значение τ , уменьшают скорость продувки
 камеры с примыкающими к ней газопроводами и повторяют операции до тех пор, пока
 25 значение τ не станет значительно больше величины τ_0 , фиксируют скорость продувки, из
 зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной для калибровочной пробы
 зависимости $G(C)$ определяют зависимость концентрации примеси в измерительной камере
 от времени $C(t)$, после калибровки камеру продувают чистым воздухом, чистый воздух
 ступенчато заменяют на исследуемую пробу при сохранении скорости продувки на
 30 зафиксированном уровне, измеряют зависимость проводимости пленки от времени $G(t)$, из
 зависимости $G(t)=G[C(t)]$, с использованием известной из калибровки для данной камеры
 с примыкающими к ней газопроводами зависимости $C(t)$, определяют зависимость
 проводимости пленки от концентрации примеси в измерительной камере, по которой
 рассчитывают зависимость газочувствительности от концентрации $S(C)$.

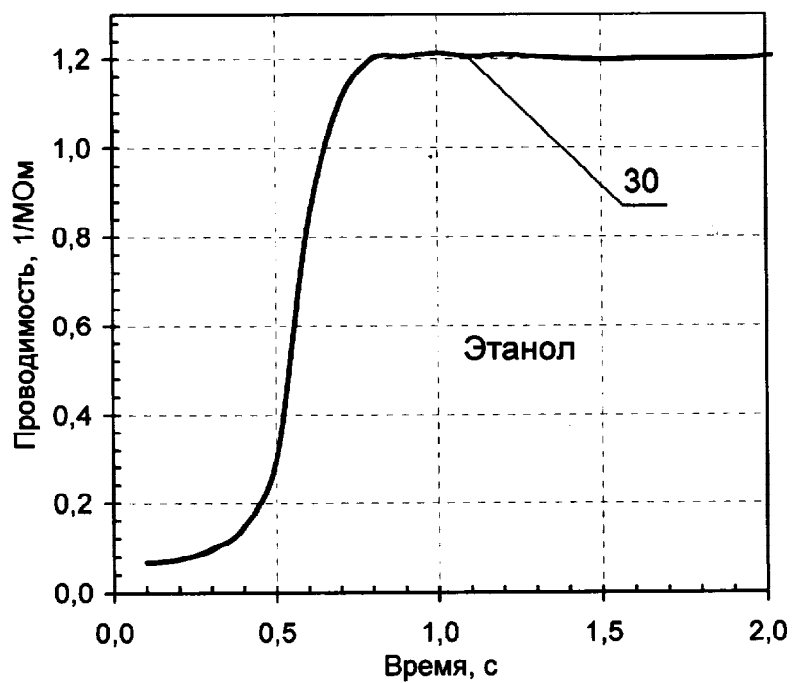
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исследуемую пробу до подачи в
 измерительную камеру пропускают через объем, наполненный адсорбирующей примесью
 веществом, затем продувают потоком воздуха и нагревают до температуры, при которой
 происходит десорбция примеси.



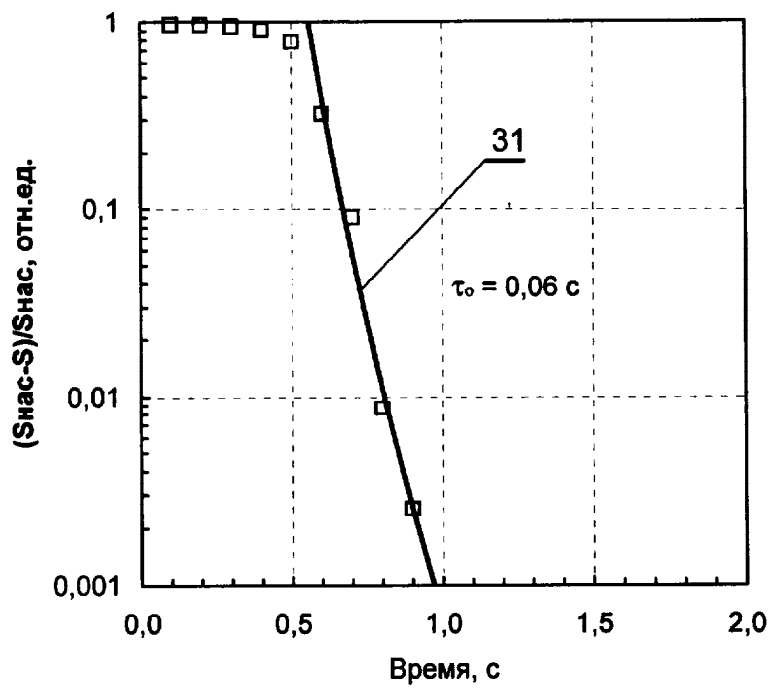
Фиг. 2



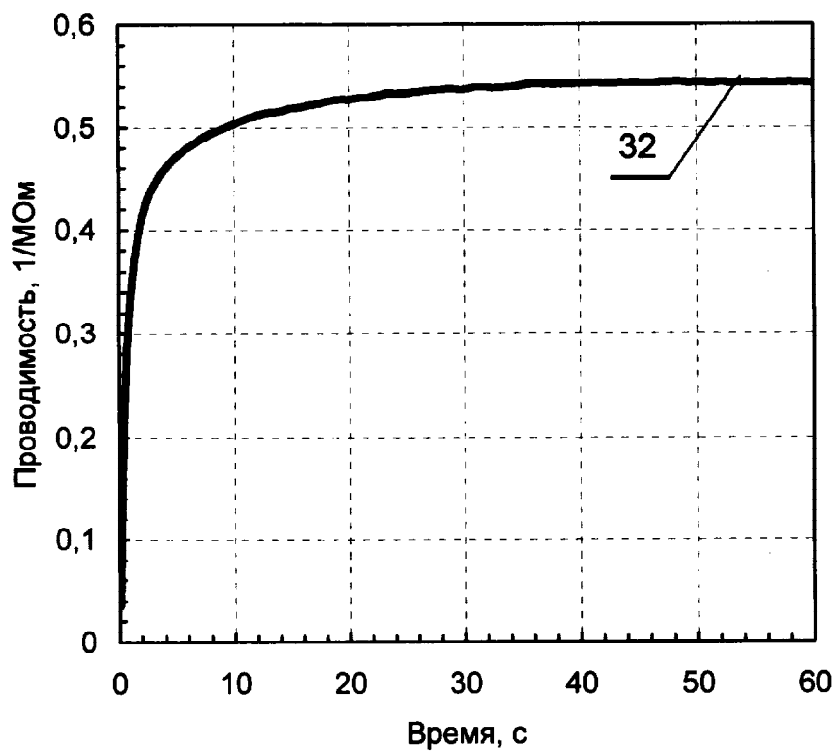
Фиг. 3



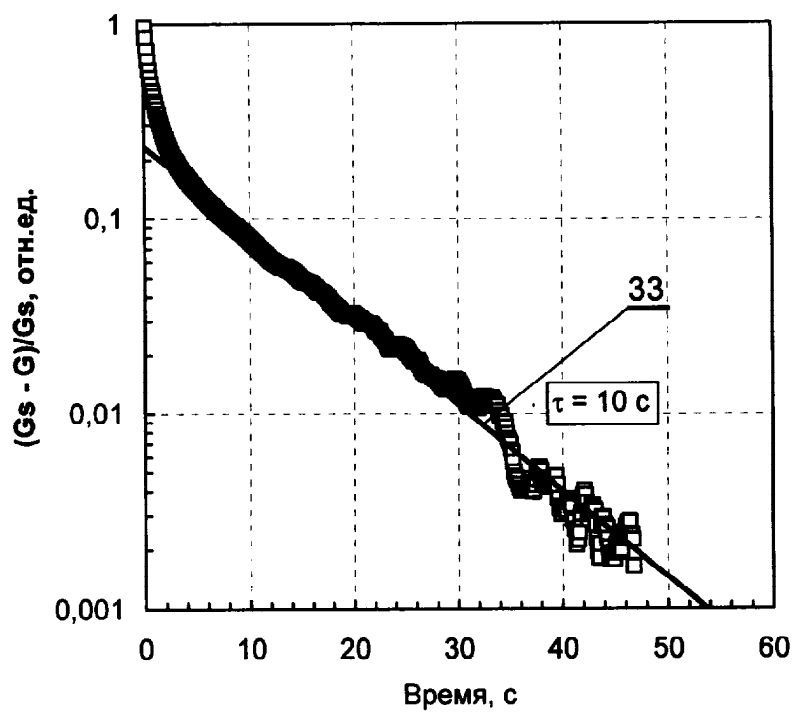
Фиг. 4



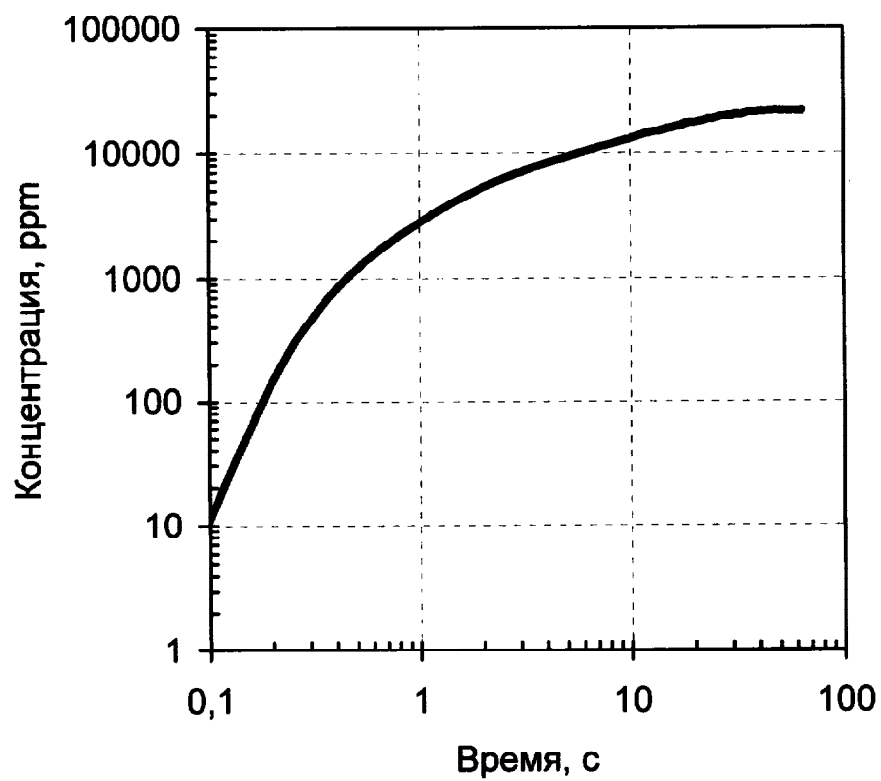
Фиг. 5



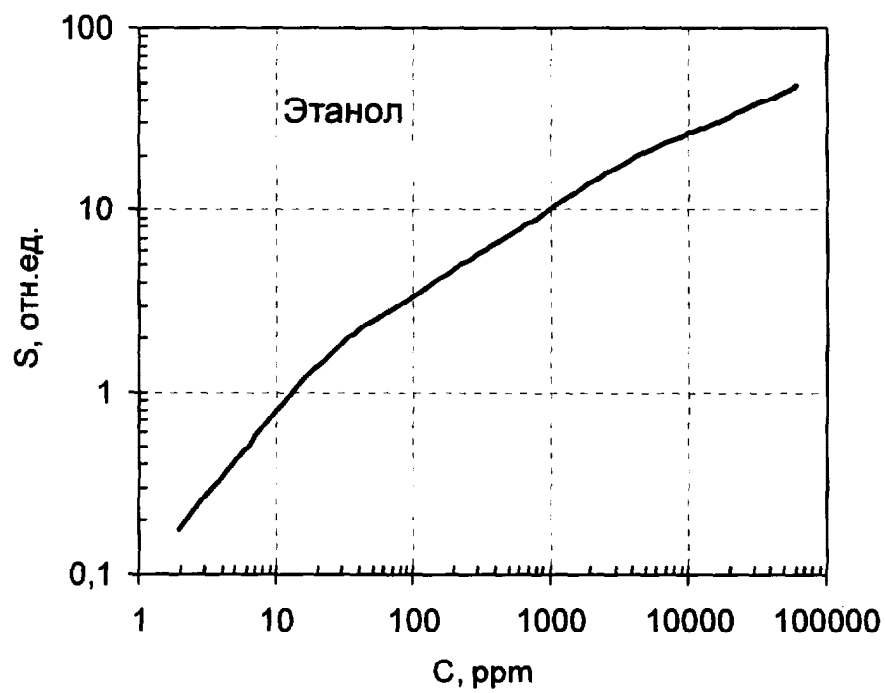
Фиг. 6



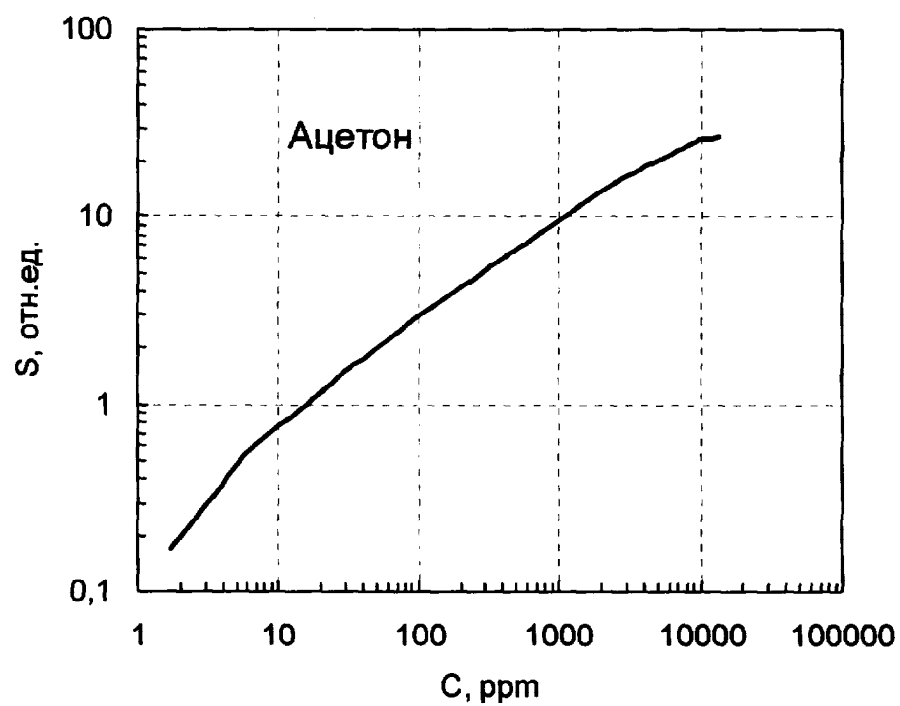
Фиг. 7



Фиг. 8



Фиг. 9



Фиг. 10